

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 de

MASTER

En Génie des Procédés

Option : Génie de Matériaux

Thème :

**Etude des Composites à base d'une Matrice Epoxy-amine
et Fibre de Luffa.**

Présenté par :

BOUHADJ Lynda
HANI Thanina

Encadré par :

HAMMICHE Dalila
BELHADJ Ouradia

Soutenu le : 30/09/2020

Devant le jury composé de :

Présidente : N.BOUZIDI.

Examineur : H.KHIREDDINE.

Année Universitaire: 2019/2020

Sommaire

Sommaire :

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les composites.	
I-1 introduction.....	3
I-2 Définition des matériaux composites	3
I-3 Classification des matériaux composites	3
I-4 Caractéristiques d'un matériau composite	3
I-5 Les constituant d'un matériau composite	3
I-5-1 La matrice.....	4
I-5-1-1 Les résines thermodurcissables.....	4
I-5-1-2 Les résines thermoplastiques.....	5
➤ Epoxy.....	6
1-Les résines époxydiques	6
1-2 Les caractéristiques mécaniques générales des résines époxydes.....	6
2- Durcisseur	7
2-1 Exemples des polyamines utilisées comme durcisseurs de résines époxy.....	8
3 Composants de base des résines époxy	9
3-1 Prépolymère époxy.....	9
• Propriétés du diglycidyl éther de bisphénol A	10
3-2 Les durcisseurs polyamines	10
4- La réticulation époxy/amine	11
5- Les propriétés physiques d'une résine époxy réticulée	11
• La température de transition vitreuse	11
• Module d'élasticité ou module d'Young	12
6- Les adjuvants ajoutés aux résines.....	12
7- Domaines d'application.....	12
8- Les avantages et inconvénients des résines époxydes	13
I-5-2 Le renfort	13
I-5-2 -1 Les fibres végétales.....	14
I-5-2 -1-1 Composition chimiques de la fibre végétale	14
La cellulose	14
Les hémicelluloses.....	15
Lignine.....	15

Sommaire

I.5.2.1. 2 Classification des fibres végétales.....	16
I.5.2.1. 3 Processus d'extraction des fibres.....	17
I.5.2.1.4 Utilisations des fibres végétales	17
➤ L'luffa.....	18
1 -Généralités sur luffa.....	18
2-définition de luffa.....	19
3- Utilisation de luffa	21
• Domestique.....	21
• Pharmaceutique.....	21
• Médicale et biologique	22
I-6 Procédé de fabrication des composites.....	22
I-7 Mise en œuvre des composites.....	22
I.7.1 Moulage au contact.....	22
I-7-2Moulage par injection basse pression de résine – RTM.....	23
I-7-3 Moulage par injection de compound – BMC.....	23
I-7-.4Moulage par compression de mat preimprégné – SMC.....	24
I-7-5 Moulage par pultrusion.....	24
I-7-6 Injection.....	25
I-8 Application des composites à base des fibres végétales.....	26
I-8-1 En automobile.....	26
I-8-2 En construction.....	26
I-8-3 Autres applications.....	26
I-9 architecture des matériaux composites.....	26
I-9-1 Monocouche.....	26
I-9-2 Stratifié.....	27
I-9-3 Sandwichs.....	27
I-10 Principaux avantage et inconvénients des composites à charges végétales.....	28
Chapitre II : partie analytique d'une étude de Saw et Al 2013.	
II- Introduction.....	29
II-1 Expérimentale	31
II-1-1 Les matériaux	31
II-1-2 Traitement de la fibre de luffa cylindrica	32
II-1-2-1 Traitement alcalin	33
• Greffage d'alcool furfurylique (FA) sur fibre de luffa oxydée	33

Sommaire

• Fabrication de matériaux composites	33
II-1-3 Caractérisation de la fibre, de la résine époxy et des composites.....	34
II-1-3-1 Analyse élémentaire	34
II-1-3-2 Spectroscopie FT-IR	34
II-1-3-3 Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)	34
II-1-3-4 Analyse thermo-gravimétrique (TGA)	35
II-1-3-5 Propriétés mécaniques	35
II-1-3-6 Microscopie électronique à balayage (SEM).....	36
II-1-3-7 Test d'absorption d'eau	36
II-2 Résultats et discussion.....	37
1-Traitement chimique de la surface de la fibre.....	37
2-Analyse élémentaire de la fibre	37
3-Analyse spectrale de la fibre	38
4-Influence de la modification de la surface des fibres sur les propriétés thermiques des composites.....	39
5-Analyse thermogravimétrique de l'époxy pur et de ses systèmes composites	40
6-Effet de la modification de la surface de la fibre sur les propriétés mécaniques des composites	41
7-Cinétique de l'absorption d'eau.....	43
8-Études morphologiques des surfaces composites fracturées par fibre et par traction	44
Conclusion chapitre II.....	45
Conclusion générale	47
Résumé.....	48

Remerciements

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au dieu et au concours de plusieurs personnes pour lesquelles nous voudrions témoigner notre reconnaissance.

Nous tenons à remercier madame Dalila HAMMICHE pour avoir accepté d'être notre directeur de mémoire et pour ses conseils et son suivi du début jusqu'à la fin de ce travail, et surtout de nous avoir accordée sa confiance pour mener à bien ce travail.

Nous remercions également Madame Ouerdia BELHADJ la doctorante de labo (IMPA) pour le temps qu'elle nous a consacré.

Nous remercions également les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail.

Enfin, que tous ceux qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de ce travail, trouvent ici l'expression de notre reconnaissance et de nos remerciements les plus profonds .À toutes et à tous Grand Merci.

Cordialement


Lynda BOUHADJ et Thanina HANI

Dédicace...

*Avec toute mon affection, je
dédie ce modeste travail à :
A toute ma famille : ma
mère (Halima), mon père
(Madjid), ma grande mère
(Yamina), mes sœurs
(Laakri, Sabrina, Sonia,
Halima-Lamia) mon frère
(Amar), mes tantes
(nedjima, yasmina), mes
oncles (mheni, karim)
ainsi leurs enfants (zidane,
melina, ines, thinhinane.)
et leurs femmes
(nadia, zina, hanane), et
mon cousin nabil pour leur
patience, leur amour, leur
soutien et leur
encouragements.*

*A mes amis et mes
camarades.*

MERCI...



Dédicaces

J'aimerais dédier ce modeste travail

*A ce qui ont beaucoup sacrifiés de leur temps pour mon bonheur et
ma réussite mes très chers parents qui m'ont encouragé durant
mes études*

A mon frère Bouzid.

A ma sœur Dyhia.

A mon petit prince Aksil.

A mon beau-frère Liazid.

A toute ma famille.

A toutes mes amies surtout Lynda et Thinhinane.

Liste des figures

Liste des figures :

Chapitre 1

Figure I-1 : constituant des matériaux composites	5
Figure I-2 : classification des types de matrices	5
Figure I-3 : Diagramme des applications des résines époxy dans l'industrie.....	8
Figure I-4 : Formation de la DGEBA par condensation du bisphénol A avec l'épichlorhydrine.....	12
Figure I-5 : réticulation d'une résine époxy /amine.....	14
Figure I-6 : Classification des fibres naturelle.....	17
Figure I-7 : organisation de la cellulose.....	18
Figure I-8 : Techniques d'extraction des fibres végétales.....	21
Figure I-9 : Evolution de la production mondiale des fibres végétales (En millions de tonnes).....	22
Figure I-10 : (a) Luffa cylindrica, (b) Fruit sec de Luffa cylindrica.....	23.
Figure I-11 : (a) luffa sec, (b) luffa broyer.....	24
Figure I-12: quatre parties montrant l'architecture de l'éponge luffa.....	25
Figure I-13 : utilisation du luffa comme produit de toilette.....	26
Figure I-14 : Le principe de moulage au contact.....	27
Figure I-15 : Le principe de Moulage par injection basse pression de résine – RTM.....	28
Figure I-16 : Principe de Moulage par compression de mat preimprégné – SMC.....	29
Figure I-17 : Principe de moulage par pultrusion	29
Figure I-18 : Pièces en composite injecté.....	30
Figure I-19 : Couche de composite.....	31
Figure I-20 : Constitution d'un stratifié.....	32
Figure I-21 : Matériaux sandwiches à âmes pleines.....	32

Liste des figures

Chapitre 2 :

Figure II-1: Une photographie de Luffa cylindrica fibre.....	34
Figure II-2 : Les spectres FTIR de fibre de luffa non traitée, traitée alcali, oxydée et greffée FA.....	42
Figure II-3 : Thermo-grammes DSC d'époxy pur et de ses systèmes composites.....	43
Figure II-4 : Analyse thermogravimétrique de l'époxy pur et de ses systèmes Composites.....	44
Figure II-5 : Propriétés mécaniques de l'époxy pur et de ses systèmes composites.....	45
Figure II-6: Effet de la modification de la surface des fibres sur l'absorption d'eau des composites luffa / époxy à diverses températures.....	48
Figure II-7 : Micrographies MEB de composites à base d'époxy avec des fibres non traitées et traitées chimiquement.....	49

Liste tableaux

Liste des tableaux :

Chapitre 1

Tableau I-1 : Exemples des polyamines utilisées comme durcisseurs de résines époxy.....10

Tableau I-2 : Propriétés du diglycidyl éther de bisphénol A.....12

Tableau I-3 : avantages et inconvénients des matériaux composites.....31

Chapitre2

Tableau II-1 : Les propriétés physiques de la fibre de luffa cylindrica.....35

Tableau II-2 : Les propriétés typiques de la résine époxy.....36

Tableau II-3 : Résultats de l'analyse élémentaire.....41

Tableau II-4 : Données TGA obtenues pour l'époxy pur et ses composites.....44

Tableau II-5 : propriétés mécaniques des fibres de luffa non traitées et traitées chimiquement.....46

Liste des schémas

Liste des schémas :

Schéma I-1: Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène.....	18
Schéma I-2 : La structure des chaines des hémicelluloses.....	29
Schéma I-3: Motifs élémentaires de la lignine.....	29

Liste l'abréviation :

TP : matrice thermoplastique.

TD : matrice thermodurcissable.

C₂₁H₂₄O₄ : diglycidyl éther de bisphénol A.

BMC : Moulage par injection de compound .

SMC : Moulage par compression de mat preimprégné.

NaOH : Hydroxyde de sodium.

FA : L'alcool furfurlyque .

NaClO₂ : Chlorite de sodium.

FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

ATG : Analyse thermogravimétrique.

DSC : Analyse calorimétrique différentielle à balayage .

Introduction générale

Introduction générale

Introduction générale

Depuis l'apparition des premières pièces en résine renforcée de fibres de verre (vers 1940), les composites sont énormément développés et impliqués dans de nombreux secteurs : aéronautique, automobile, bâtiment... Toutefois face à des contraintes économiques et environnementales toujours plus exigeantes, l'utilisation des renforts cellulosiques et lignocellulosiques (fibres végétales) dans les composites à matrice organique apparaît aujourd'hui comme une alternative de choix [1].

Depuis le 21^e siècle, en raison des graves problèmes de pollution de l'environnement et de pénurie d'énergie, les composites renforcés de fibres naturelles, ont reçu une grande attention des chercheurs scientifiques. En phase de renforcement, les fibres végétales telles que luffa, halfa, sisal, kénaf et la banane présentent de nombreux avantages bien connus par rapport à leurs synthétiques homologues [2]. Ces composites offrent un certain nombre d'avantages bien connus, notamment faible coût, disponibilité de ressources naturelles renouvelables, biodégradabilité [3].

Actuellement les fibres synthétiques sont largement dominantes dans les produits à grande diffusion. Cependant, leur utilisation soulève de plus en plus des problèmes environnementaux. L'énergie de la production et de l'émission des composés nocifs sont des inconvénients majeurs.

L'utilisation des fibres naturelles s'avère une alternative plus respectueuse de l'environnement. La substitution des fibres synthétiques par des fibres biodégradables et issues de ressources renouvelables contribue à la protection de l'environnement.

Luffa, le chanvre, le lin, le jute, le bambou ou encore le palmier l'alfa et le sisal sont des fibres naturelles introduites dans l'industrie des composites. Par conséquent de lourds investissements sont faits dans le secteur de fabrication agricole de ces fibres [4].

Il existe dans littérature de nombreuses études sur les fibres végétales mais très peu sont consacrées pour l'étude de fibre de luffa. Celle-ci présente des caractéristiques mécaniques intéressantes en termes de résistance à la traction et à la flexion [5].

De nos jours, les thermodurcissables sont les plus utilisées pour des applications structurales étant donné qu'elles ont une tendance à être plus résistantes aux solvants et aux environnements corrosifs en plus elles sont plus stable thermiquement comparant aux types thermoplastique. Les résines époxy sont l'une des résines thermodurcissables les plus importantes pour de nombreuses applications d'ingénierie, comme dans l'isolation électrique grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques [6].

Introduction générale

Le sujet de cette étude porte sur la caractérisation de l'effet du renforcement des résines époxydes avec les fibres naturelles du luffa, dont le but de produire un matériau plus léger et moins coûteux que le polymère original.

Le présent mémoire s'articule autour de deux chapitres :

✓ Le premier chapitre comporte des notions fondamentales sur les matériaux composites à base d'une résine époxy-amine et les fibres naturelles du luffa.

✓ Dans le deuxième chapitre on a décrit le travail **Saw et al. (2013)** sur "Fabrication, Characterization, and Evaluation of luffa cylindrical fiber reinforced epoxy composites".

CHAPITRE I

Généralités sur les matériaux composites

I-1 Introduction :

Les matériaux composites à base de fibres lignocellulosiques sont très largement utilisés et font l'objet d'un développement constant depuis de nombreuses années. Dans cette catégorie de matériaux composites, on distingue deux sortes de produits : les composites utilisant les fibres comme charges afin de réduire leur coût et leur poids et les composites à base de renforts celluloseux qui permettent l'amélioration des propriétés mécaniques [1].

I-2 Définition d'un composite :

Un matériau composite est par définition, tout alliage ou matière première comportant un renfort sous forme filamentaire. Il nécessite l'association intime d'au moins deux composants : Le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser, ce qui introduit la notion d'un agent de liaison, l'interface [7].

Les matériaux composites ne sont pas une nouveauté ; ils ont été utilisés dès l'antiquité par l'homme comme le bois et le torchis sont alors des matériaux de la vie quotidienne [8].

On distingue deux classes de matériaux composites :

- Composites de grande diffusion ; le taux volumique de la matrice est de l'ordre de 50 à 70%.
- Composites à hautes performances. Le taux volumique varie de 40 à 50%.

I-3 Classification Des Matériaux Composites :

En fonction de la forme des renforts, les composites sont classés en deux grandes classes :

Les composites à fibres : constitués de fibres continues ou discontinues (fibres coupées ou courtes). Leur orientation permet de moduler les propriétés mécaniques du matériau et d'obtenir des matériaux isotropes ou anisotropes.

Les composites à particules : les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux [9].

I-4 Caractéristiques d'un matériau composite :

Les propriétés des matériaux composites résultent :

- La nature des constituants et leurs propriétés,
- La géométrie du renfort, sa distribution,
- La nature de l'interface matrice-renfort [10].

I-5 Les constituants d'un matériau composite :

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renfort et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, le renfort et la matrice sont

parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases.

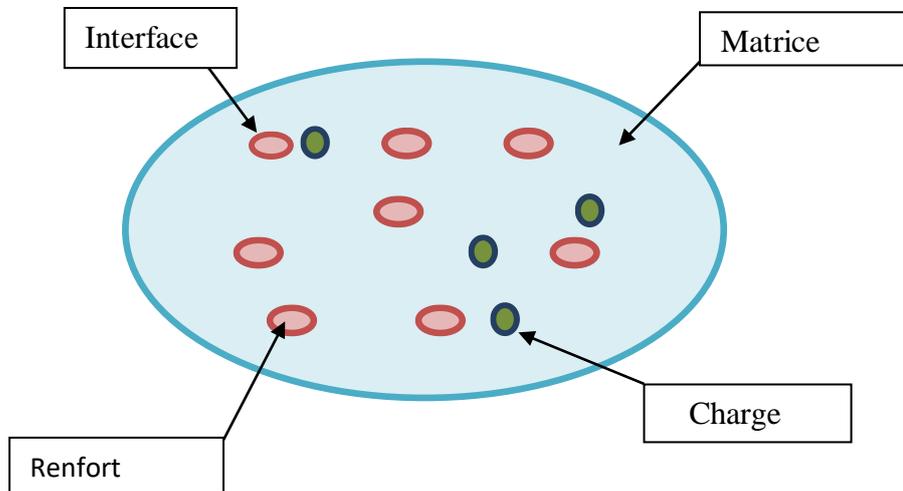


Figure I-1 : constituant des matériaux composites [11].

I-5-1 La matrice :

Le rôle de la matrice est de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). La matrice est simplement déformable et assure aussi la protection chimique des fibres. Généralement, c'est un polymère ou une résine organique [12].

Les différentes familles de la matrice sont présentées ci-dessous :

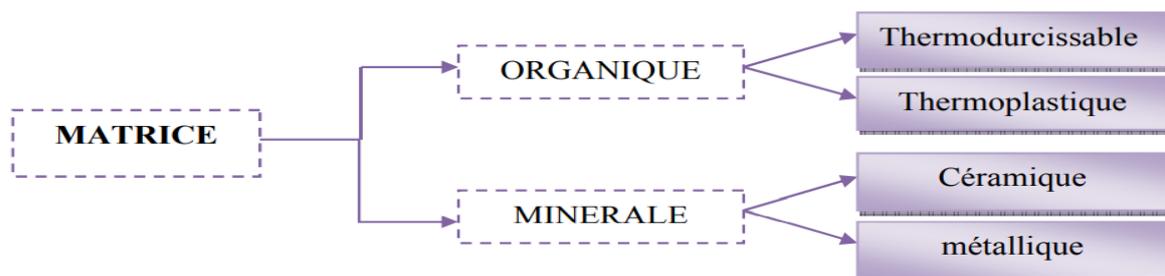


Figure I-2 : classification des types de matrices [8].

Il est important de bien situer la différence entre les deux types de la matrice.

- **La structure des TP** se présente sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme (les chaînes se plient alors), et les refroidir pour les fixer (les chaînes se bloquent). Cette opération est réversible.

- **La structure des TD** a la forme d'un réseau tridimensionnel qui se pontent (double liaison de polymérisation) pour durcir en forme de façon définitive, lors d'un échauffement. La transformation est donc irréversible [13].

I-5-1-1 Les résines thermodurcissables:

Les résines thermodurcissables sont des polymères, qui se transforment en produits totalement infusibles et insolubles, après le traitement thermique ou physico-chimique (catalyseur, durcisseur). Ces résines ont donc la particularité de ne pouvoir être mises en forme qu'une seule fois [10].

Les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont par ordre décroissant en tonnage :

- Les résines polyesters insaturées (Polyesters condensés, vinyle esters, dérivés allyliques etc.).
- Les résines époxydes
- Les résines de condensations : (Phénoliques, aminoplastes, etc.) [7].

I-5-1-2 Les résines thermoplastiques:

Les résines thermoplastiques sont des solides souvent solubles, formés de chaînes distinctes bien pressées, qui sont liées entre elles par des liaisons secondaires (force de van der Waals, liaisons d'hydrogène) et ensuite mis en forme par chauffage et refroidissement [14].

Les principales matrices TP utilisées (possédant tous une tenue en température supérieure à 100 °C, hors POM) sont les suivantes:

- Polyamide (PA) : tenue au choc, bonne résistance à la fatigue et aux hydrocarbures ;
- Poly téréphtalate éthylénique et butylénique (PET, PBT) : bonne rigidité, bonne ténacité ;
- Polycarbonate (PC) : tenue au choc ; etc [7].

➤ Epoxy

1- Les résines époxydes :

Les résines époxydes ont une place particulière en raison de leur polyvalence dans les applications industrielles (figure I-3). Leur production mondiale est estimée à 1,6 million de tonnes par an, 85% des résines époxy sont produites aux Etats-Unis, en Europe et au Japon [15].

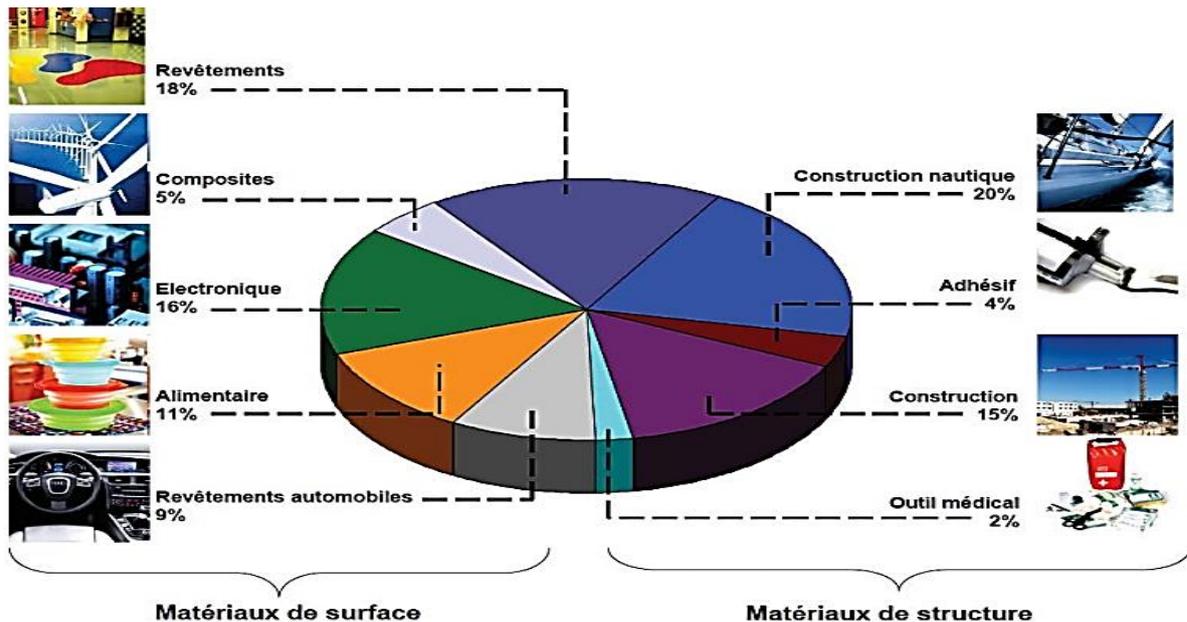


Figure I-3 : Diagramme des applications des résines époxy dans l'industrie [15].

Les résines époxydes sont les plus utilisées après les résines polyesters insaturées. Elles ne représentent cependant que 5 % du marché composite, à cause de leur prix élevé (de l'ordre de cinq fois plus que celui des résines polyesters) [10]. Du fait de leurs bonnes caractéristiques mécaniques, les résines époxydes, généralement utilisées sans charges, sont les matrices des composites à hautes performances (constructions aéronautiques, espace, missiles, etc.).

1-2 Les caractéristiques mécaniques générales des résines époxydes sont :

- ✓ Masse volumique 1 100 à 1 500 kg/m³
- ✓ Module d'élasticité en traction 3 à 5 GPa
- ✓ Contrainte à la rupture en traction 60 à 80 MPa
- ✓ Contrainte à la rupture en flexion 100 à 150 MPa

- ✓ Allongement à la rupture 2 à 5 %
- ✓ Résistance au cisaillement 30 à 50 MPa
- ✓ Température de fléchissement sous charge 290°C [16].

2-Durcisseur :

Un durcisseur est ajouté (deuxième composant) permettant la formation d'une molécule tridimensionnelle par création de ponts intermédiaires entre les chaînes linéaires. La réunion des 2 produits forme un monomère le diglycidyléther du bisphénol A (DGEBA). Ce sont des résines thermodurcissables de degré de polycondensation peu élevé qu'il est nécessaire, sauf exception, d'associer à un durcisseur pour atteindre le stade thermo-rigide final, par formation de ponts entre les chaînes linéaires. Le choix du durcisseur est fonction de l'application envisagée et des caractéristiques du produit fini. Les durcisseurs peuvent agir entre 15 et 200°C, suivant leur nature chimique [16].

On deux groupes :

- **Durcisseurs acides** : ils représentent de 30 à 150 % du poids de la résine. Ce sont en général des anhydrides d'acides.
- **Durcisseurs basiques** : ils représentent de 5 à 100 % du poids de la résine. Ce sont habituellement :
 - ✓ Des amines aromatiques (agissant généralement à chaud) : diaminodiphényl métal, phénylène diamine...
 - ✓ Des amines aliphatiques ou cycloaliphatiques (agissant généralement à température ambiante) triéthylène, tétramine, méthylène diamine ...
 - ✓ Des polyaminoamides.
 - ✓ Des aditifs de polyamines aliphatiques (mélanges de résines ayant partiellement réagi et contenant un excès d'amines) [17].

2-1 Exemples des polyamines utilisées comme durcisseurs de résines époxyde :

Tableau I-1 : Exemples des polyamines utilisées comme durcisseurs de résines époxyde [18].

Polyamines aliphatique	Ethylénediamine (EDA)
	Méthylénediamine (MDA)
	Diéthylénetriamine (DETA)
	Triéthylénetétriamine (TETA)
	Dipropylénetriamine (DPTA)
	Tétraéthylénepentamine (TEPA)
	Diméthylaminoproylamine (DEAPA)
	2, 2,4 et 2, 4,4-triméthylhexaméthylène-1,6-diamine (TMHDA)
Polyamines	Isophoronediamine (IPDA)
Cycloaliphatiques	N-aminoéthylpiperazine
Amines aromatiques	Diamino-4,4'-diphénylméthane (DDM)
	Diamino-4,4'-diphénylesulfone (DDS)
	4,4'-diamino-3,3'-dichlorodiphényméthane (MBOCA)
	m-phénylénediamine (MPDA)
	m-xylylénediamine
	Tris-(diméthylaminométhyl) phénol (tris-DMP) (catalyseur)
Polyaminoamides	Basés sur des polyamines aliphatiques ou aromatiques

3-Composants de base des résines époxyde :

3-1 Prépolymère époxyde :

La DGEBA est obtenue par condensation du bisphénol A en milieu alcalin avec l'épichlorohydrine (DGEBA) figure I-4.

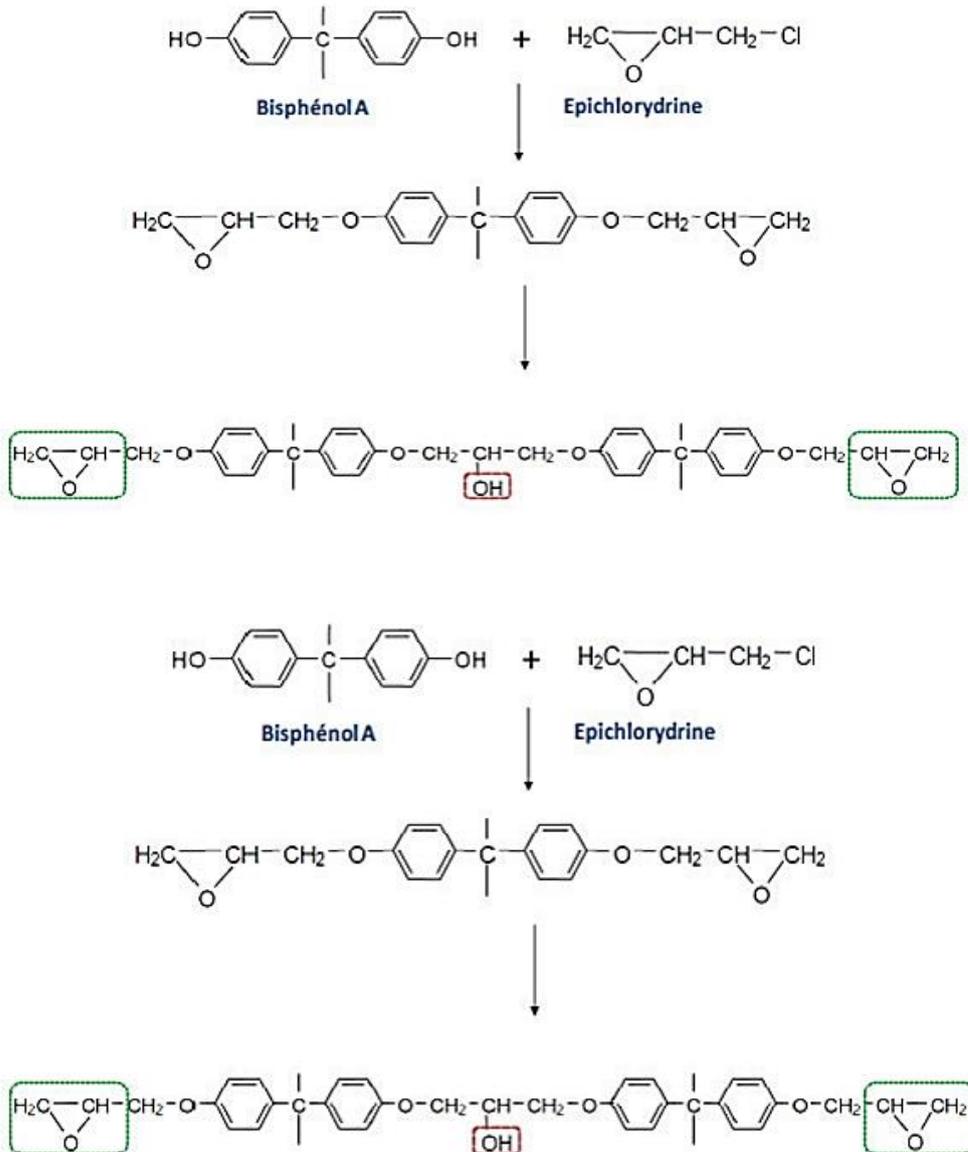


Figure I-4 : Formation de la DGEBA par condensation du bisphénol A avec l'épichlorohydrine [18].

- **Propriétés du diglycidyl éther de bisphénol A :**

Tableau I-2 : Propriétés du diglycidyl éther de bisphénol A [19].

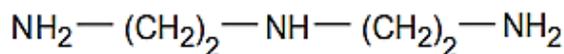
Formule chimique	C ₂₁ H ₂₄ O ₄
Masse moléculaire (g/mol)	340.41
Densité (g/mL à 25°C)	1.16
Point de fusion (°C)	35

Le DGEBA est un liquide transparent très visqueux à température ambiante.

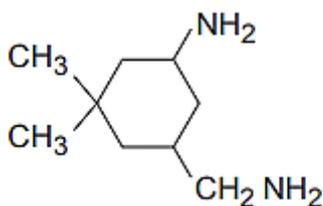
3-2 Les durcisseurs polyamines :

Les prépolymères époxy réagissent avec de nombreux groupements fonctionnels, dont les amines, les anhydrides, les mercaptans, les isocyanates, les phénols, etc. Les réactions avec des amines sont les plus couramment utilisées ; ces amines sont présentes dans des polyamines de plusieurs familles : aliphatiques, cycloaliphatiques ou aromatiques. Elles se distinguent par leur fonctionnalité (nombre de groupements amines) et par la nature chimique des liens entre fonctions amines réactives. Quelques exemples sont donnés ci-dessous [20] :

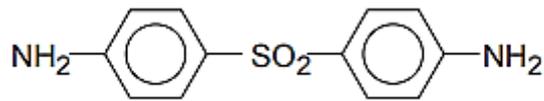
- ✓ Le diéthylènetriamine (DTA), une polyamine aliphatique de formule chimique :



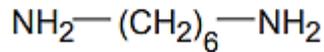
- ✓ L'isophorone diamine (IPD), une diamine cycloaliphatique primaire de formule chimique :



- ✓ La 4,4'-diaminodiphénylsulfone (DDS), une diamine aromatique primaire rigide de formule chimique :



- ✓ L'hexaméthylène diamine (HMDA), une diamine aliphatique primaire flexible de formule chimique :



4- La réticulation époxy/amine :

La synthèse d'un polymère époxyde est une réaction de réticulation entre le pré-polymère époxyde et le durcisseur, donnant naissance ainsi à une structure tridimensionnelle. [21]. L'objectif est de constituer un réseau de masse moléculaire plus élevée que les polymères de départ et qui présentent des propriétés physico-chimiques adaptées aux applications envisagées. La réticulation d'une résine époxy fait intervenir une diamine ou un anhydride cyclique qui réagit sur des groupements époxydes comme cela est indiqué dans la Figure I-5. [22]

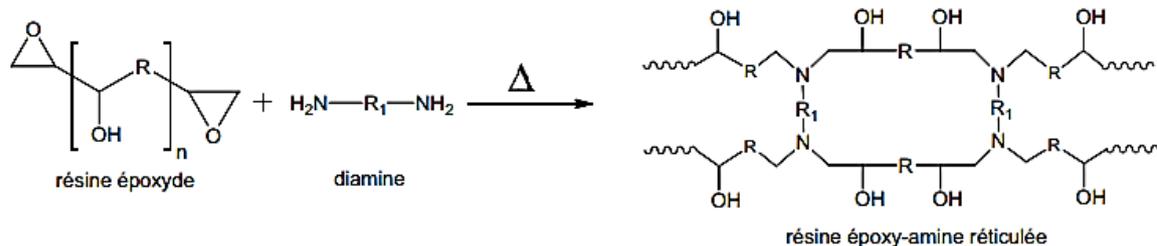


Figure I-5 : réticulation d'une résine époxy /amine.

5- Les propriétés physiques d'une résine époxy réticulée :

Les résines époxy être pourvu des propriétés physiques particulières ainsi que la température de transition vitreuse (T_g), et module d'élasticité appelé module de Young.

❖ La température de transition vitreuse :

La transition vitreuse est le changement d'état d'un polymère ou d'un matériau sous l'action de la température et entraîne des variations importantes de leurs propriétés mécaniques et physiques. Elle est caractérisée par la température de transition vitreuse notée T_g . Lorsque la température de polymère est inférieure à sa T_g , le polymère est dit vitreux et possède le comportement d'un corps solide. Et si la température de la T_g est supérieure le polymère passe à l'état caoutchouteux. Le phénomène de transition vitreuse

est réversible et s'observe sur les polymères thermoplastiques et sur les résines époxy dont la densité de réticulation n'est pas très élevée. La Tg d'une résine époxy dépend de sa formulation et du durcisseur employée.

❖ **Module d'élasticité ou module d'Young :**

Le module d'élasticité appelé aussi module de Young ou encore module de traction est le rapport entre la contrainte de traction appliquée au matériau et la déformation qui en résulte. Il est constant tant que cette déformation n'atteint pas la limite d'élasticité du matériau (avant la rupture). Un matériau dont le module d'Young est particulièrement élevé est dit rigide [10].

6- Les adjuvants ajoutés aux résines :

Les éléments rentrants dans la composition d'une résine sont :

- ✓ Les charges.
- ✓ Les solvants.
- ✓ Les diluants réactifs.
- ✓ Des pigments et colorants.
- ✓ Des extendeurs.
- ✓ Des flexibilisant [23].

7- Domaines d'application :

Ces produits sont présents dans beaucoup de domaines :

- ✓ Peintures (peinture pour béton, peinture marine anticorrosion, peinture automobile).
- ✓ Vernis.
- ✓ Matériaux et produits de collage (Araldite, Epitoke).
- ✓ Ciments imperméables et d'enduits
- ✓ Fabrication de stratifiés dans l'industrie aéronautique.
- ✓ L'enrobage des circuits électroniques ou électriques.
- ✓ La fabrication des moules et des noyaux de fonderie.
- ✓ De matériaux stratifiés

- ✓ La fabrication de planches à voile, de skis ou de bateaux de plaisance à hautes performances [23].

8- Les avantages et inconvénients des résines époxydes :

❖ Les avantages :

- ✓ Tenue mécanique, chimique et fatigue.
- ✓ Faible retrait (1 à 2 %).
- ✓ Excellente adhérence sur fibres.
- ✓ Autoextinguibilité.
- ✓ Mise en œuvre facile, sans solvant.

❖ Les inconvénients :

- ✓ Prix élevé
- ✓ Sensibilité à l'humidité et aux UV
- ✓ Vieillessement sous température
- ✓ Sensibilité aux chocs
- ✓ Temps de polymérisation [7].

I-5-2 Les renforts :

Les renforts contribuent à augmenter la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites. On peut trouver les renforts sous forme filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques).

Les renforts peuvent provenir d'origines diverses (animale, végétale, synthétique, etc.)

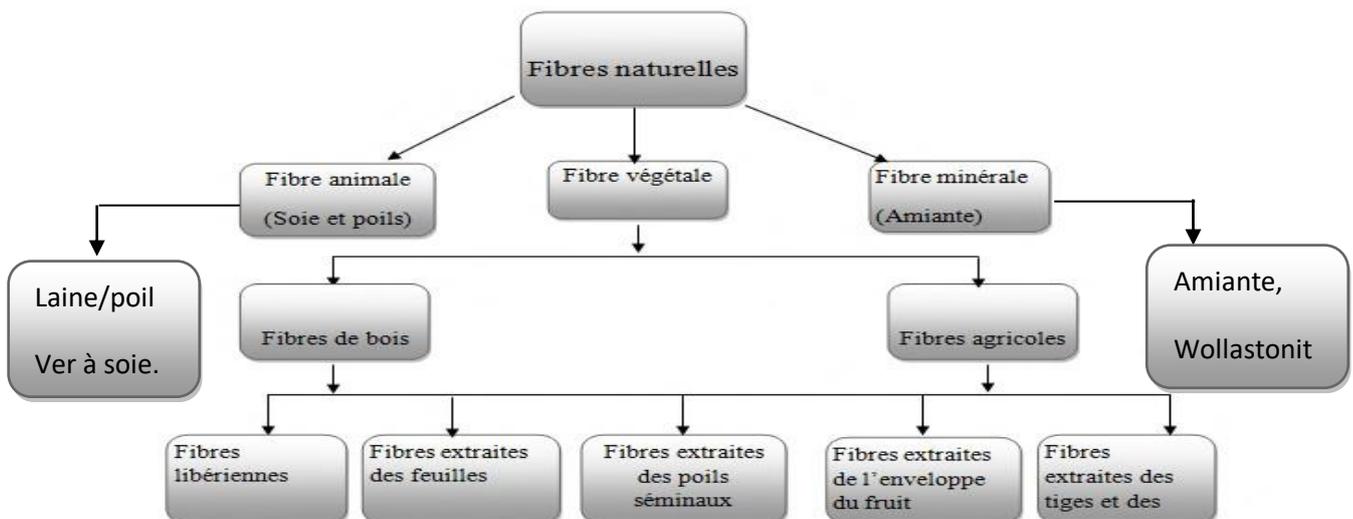


Figure I-6 : Classification des fibres naturelles [24].

Les fibres d'origine végétale sont constituées majoritairement de cellulose et possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles d'origine animale [25].

I-5-2-1 Les fibres végétales :

I-5-2-1-1 La composition chimique des charges végétales

Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines, extractibles et quelques composés inorganiques. Il existe différentes classifications de ces fibres. Les fibres dures, tel que le bois, forment un groupe à part entière qui représente environ 90% de la production mondiale [26].

❖ La cellulose :

La cellulose est le polymère naturel le plus disponible dans la nature. 830 millions de tonnes de cellulose sont produits annuellement par photosynthèse. Il est créé d'un homopolymère formé par l'enchaînement d'unités de cellobiose (formé de 2 unités de glucose) liées entre elle par une liaison glucosidique β -(1 4).

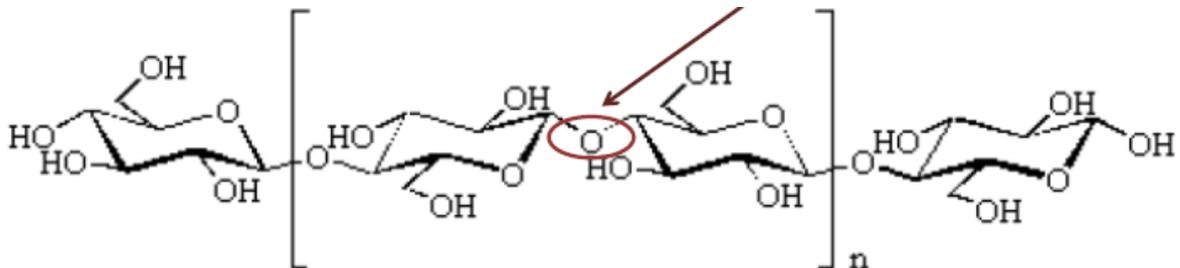


Schéma I-1: Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène [27].

Organisation de la cellulose

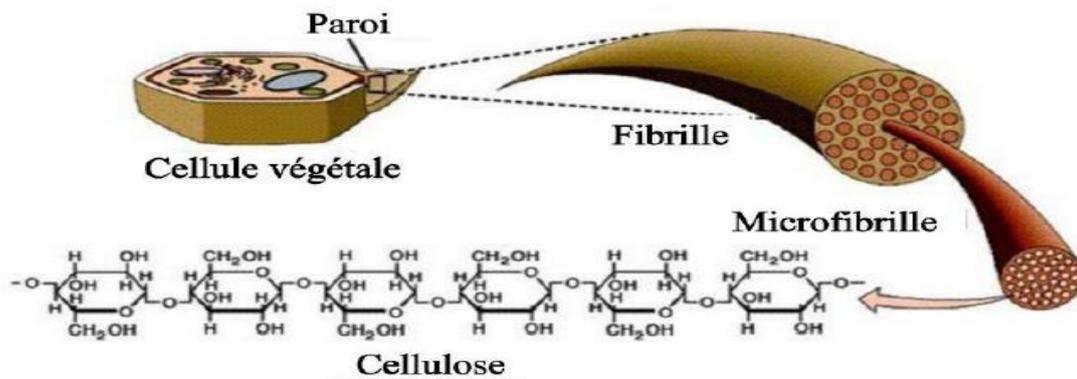


Figure I-7 : Organisation de la cellulose.

❖ Les hémicelluloses :

Contrairement à la cellulose, l'hémicellulose est un polysaccharide constitué d'unités saccharidiques de nature différente. Elle est composée principalement de xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et d'acide uronique. Sa structure diffère selon l'origine végétale [28].

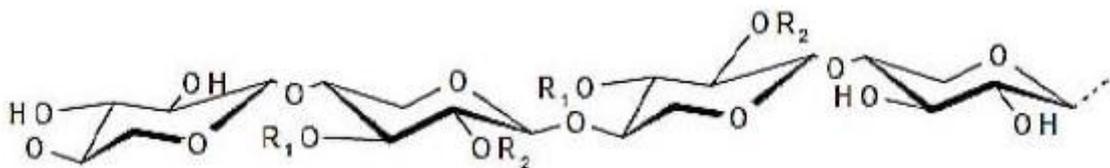


Schéma I-2 : La structure des chaînes des hémicelluloses [29].

❖ Lignine :

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est formée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes ayant trois unités de différents types pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [30].

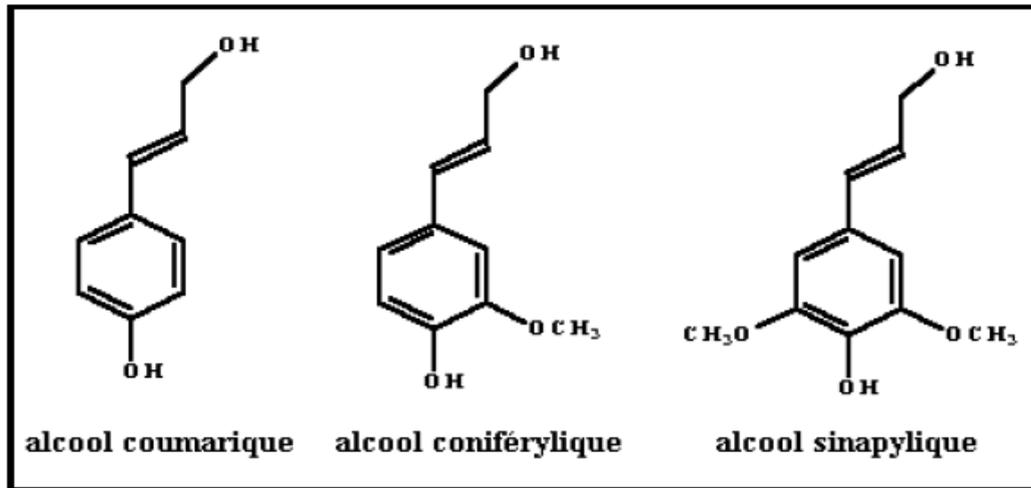


Schéma I-3 : Motifs élémentaires de la lignine [30].

I-5-2-1-2 Classification des fibres végétales

a. Les fibres des feuilles

La fabrication des fibres se fait par le chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont rigides et dures [31].

b. Les fibres des tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour le but de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de lin, de kernaf et de chanvre sont parmi les fibres de tige les plus utilisées, [31-32].

c. Les fibres des bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous [33].

d. Les fibres des surfaces

Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autres le coton et la noix de coco (coco). Les fibres de coco ont donné de bons résultats pour la résistance à la flexion du ciment de fibre [34].

I-5-2-1-3 Processus d'extraction des fibres :

Les procédés de d'extraction des fibres les plus utilisés de nos jours sont schématisés dans le diagramme de la figure I-8 [35] :

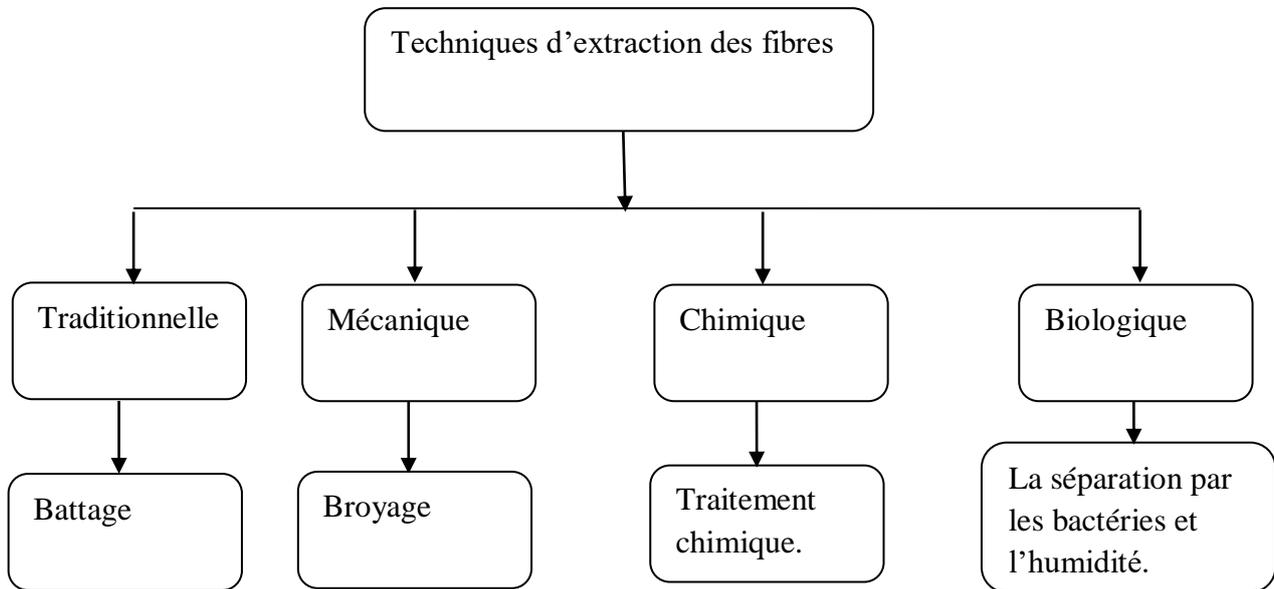


Figure I.8 : Techniques d'extraction des fibres végétales [35].

I-5-2-1-4 Utilisations des fibres végétales :

La connaissance des propriétés caractéristiques des fibres est indispensable dans l'optique de définir leur utilisation dans des composites. Les fibres végétales se caractérisent en général avec de bonnes propriétés mécaniques, par contre leur utilisation est limitée par leur caractère hydrophile et leur faible stabilité thermique. Ainsi, la comptabilité fibres matrice va dépendre non seulement de la nature des fibres mais également de la nature de la matrice de polymère. La grande diversité des fibres végétales et le large domaine d'applications des matériaux composites, Sont à l'origine du grand nombre de travaux concernant le développement des matériaux composites à renforts fibres végétales [36].

L'utilisation des fibres végétales est croissante dans les secteurs du bâtiment, des transports et des loisirs. Elles peuvent être utilisées seules comme la ouate de cellulose ou la laine de chanvre qui servent d'isolants dans le bâtiment [37].

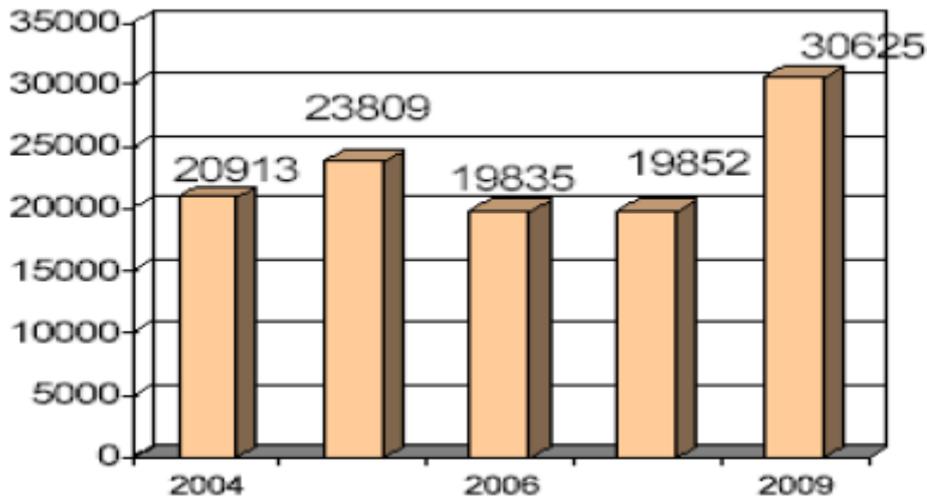


Figure I-9 : Evolution de la production mondiale des fibres végétales(En millions de tonnes) [38].

Comme exemple de fibre végétale on cite la fibre de luffa cylindrica.

➤ **Luffa**

1-Généralités sur la fibre de luffa

Cette étude s'est concentrée sur le domaine d'application de la fibre de luffa cylindrique qui est facilement disponible en raison de sa distribution naturelle, ainsi que certains avantages inhérents par rapport à d'autres fibres pour son renouvellement, biodégradabilité, réseau naturel (arrangements spéciaux), haute résistance et module initial [39].

L'épéonage de luffa principalement composé de cellulose 60 %, d'hémicellulose 30% et lignine 10%, c'est pourquoi elle s'appelle un matériau lignocellulosique [40].

Luffa se trouve dans les pays subtropicaux d'Asie (Inde, Chine, Pakistan et Indonésie), d'Afrique et du Sud Amérique. Le jeune fruit verdâtre est consommé comme un légume partout dans le monde.

Des parties de la plante sont utilisées pour créer des éponges de bain ou de cuisine, un remède naturel à la jaunisse (jus), meubles et divers autres produits [41].



Figure I-10 : (a)Fruit sec Luffa, (b) Fruit vert de Luffa

Les fibres du luffa séchées possèdent des propriétés absorbantes de première qualité:

- ✓ 100% naturelle, biodégradable et non toxique pour la santé.
- ✓ Absorbe liquides et odeurs.
- ✓ Elle est d'une source renouvelable.

La maturation se fait pendant 9 mois, le luffa est ensuite récolté, lavé et séché. Avec le tissu de fibres obtenu, on fabrique des poudres et farines hautement absorbantes [42].

Le Luffa ou Loofah, appelé encore éponge végétale, orne de façon originale une tonnelle ou une clôture. Les fruits verts allongés, consommables à l'état jeune, prennent par la suite une consistance fibreuse qui sert à la confection d'éponges [43].

2-définition de luffa:

La fibre de Luffa est un végétal fibreux non comestible. L'intérieur est composé de fibres résistantes entremêlées en réseau dense. Doux, souple, hydrophile et durable, le luffa est reconnu pour ses qualités absorbantes exceptionnelles.

Une firme canadienne a développé depuis plus de dix ans, un savoir-faire unique pour la transformation de ces fibres végétales. Elle offre désormais cette nouvelle matière comme alternative à tous les manufacturiers de produits absorbants [44].



Figure I-11 : (a) luffa sec, (b) luffa broyer.

Un réseau de fibres interconnectées composées principalement de cellulose (66%), d'hémicellulose (17%) et de la lignine (15%) [45], formant des micros-canaux avec un diamètre de 10-20 μm et des macropores allant jusqu'à 800 μm [46]. La porosité de ces fibres est entre 79-93%, densité (0,02-0,04 g/cm^3) et le volume poreux spécifique est de 21-29 cm^3/g . La stabilité de *Luffa cylindrica* à des pH de 1 à 14 et après 5 cycles d'autoclavage à 1200 $^\circ\text{C}$ pour 20 min est étudiée [47], et montre sa résistance comme matériau pouvant être utilisé en biotransformation. De ce fait, le fruit sec de *Luffa cylindrica* a été étudié ces dernières années pour l'immobilisation de différents types de cellules. [48]

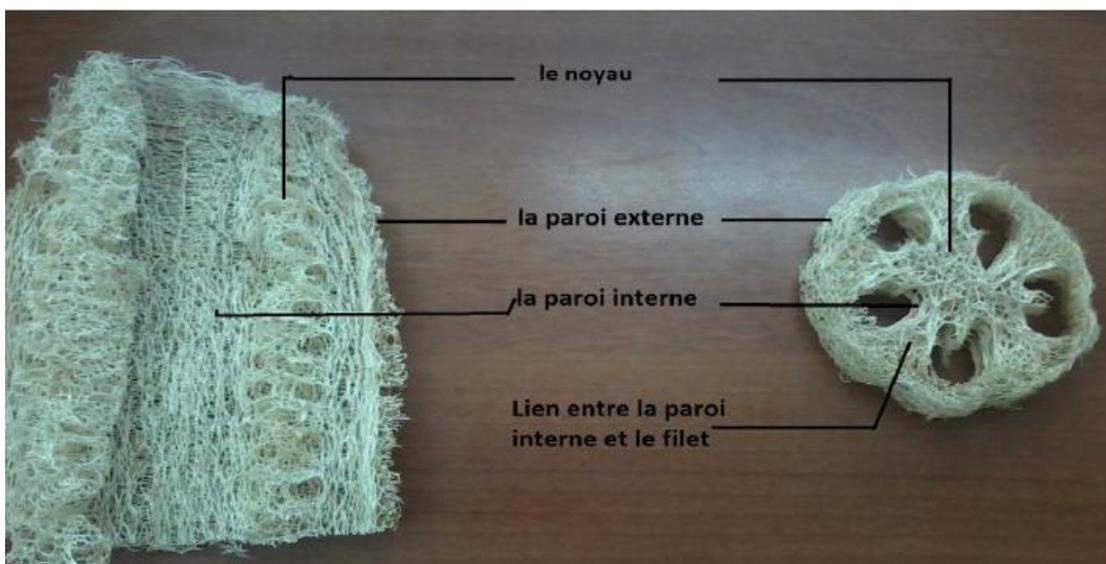


Figure I-12: quatre parties montrant l'architecture de l'éponge luffa.

Ce fruit admet plusieurs parties distinctes de l'intérieur vers l'extérieure (figure I-11) [49].

- ✓ La partie centrale du fruit représente le noyau ou bien le filet,
- ✓ La paroi interne et la paroi externe de l'éponge,
- ✓ Une quantité importante de faisceaux vasculaires constitue le milieu (middle part) ou bien le lien entre la paroi interne et le noyau.

3-Utilisation de luffa :

L'utilisation du luffa comme plante industrielle a commencé au japon entre 1890 et 1895, pour donner suite à la découverte de l'aptitude de la fibre, qui s'obtient à partir du fruit mur, à la fabrication des filtres pour moteur à vapeur et pour ceux à moteur diesel [50].

a) Domestique :

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

En séparant la peau, de la chair et des graines, le réseau de fibre après séchage peut être utilisé comme éponge de salle de bains, éponge de nettoyage de vitre et de verre. Le luffa peut aussi être employé comme filtres et pour développer les produits chimiques purgatifs, comme le luffa a un réseau compact des fibres étroites, son élasticité la rend utile pour plusieurs produits comme des filtres, matériel d'emballage et les paniers [52].



Figure I-13 : utilisation du luffa comme produit de toilette.

b) Pharmaceutique :

Dans les secteurs de pharmacopées traditionnelles brésiliennes, les feuilles fraîches (en emplâtre). Sont utilisées pour traites les furoncles, pour traiter la rhinite, la sinusite, aménorrhée et l'hydropisie [53].

c) Médicale et biologique :

La plante est tonique, émétique et diurétique et actif dans le traitement de l'asthme et les maladies de peau. Elle est utilisée intérieurement pour le rhumatisme, mal de dos, l'hémorragie interne et les hémorroïdes. Les fibres de fruits secs sont employées en tant qu'éponges abrasives dans le soin de peau, pour enlever la peau morte d'où elle produit une lueur douce sur la peau [54].

I-6 Procédé de fabrication des composites :

Trois opérations sont indispensables :

1. Imprégnation du renfort par le système résineux.
2. Mise en forme à la géométrie de la pièce.
3. Durcissement du système :
 - soit par polycondensation et réticulation pour les matrices thermodurcissables,
 - soit par simple refroidissement pour les matières thermoplastiques [55].

I-7 Mise en œuvre des composites :

Pour la fabrication des composites, il existe plusieurs méthodes. On en présente ici quelques-unes avec leurs principes. Ces méthodes sont généralement faciles à exécuter et demandent un coût d'investissement faible en matériels.

I-7-1 Moulage au contact :

C'est la méthode la plus simple qui demande le moins d'équipement. C'est un Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée [56].

La Figure I-14, présente le principe de moulage au contact :

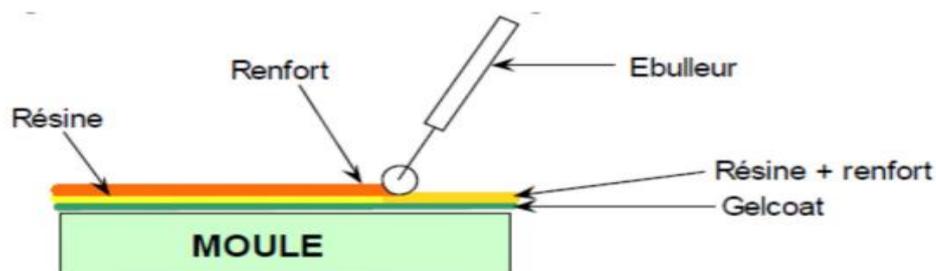


Figure I-14 : Le principe de moulage au contact [56]

I-7-2 Moulage par injection basse pression de résine – RTM :

Le moulage par injection de résine liquide RTM (Résine Transfert Molding) s'effectue entre moule et contre-moule rigides. Le renfort (mats, préforme, éventuellement tissus) est disposé dans l'entrefer du moule. Une fois celui-ci solidement fermé, la résine, accélérée et catalysée, est injectée sous faible pression (1.5 à 4 bars) à travers le renfort jusqu'au remplissage complet de l'empreinte. Après durcissement de la résine, le moule est ouvert et la pièce démoulée [56]. La Figure I-15, présente le principe de Moulage par injection basse pression de résine – RTM :

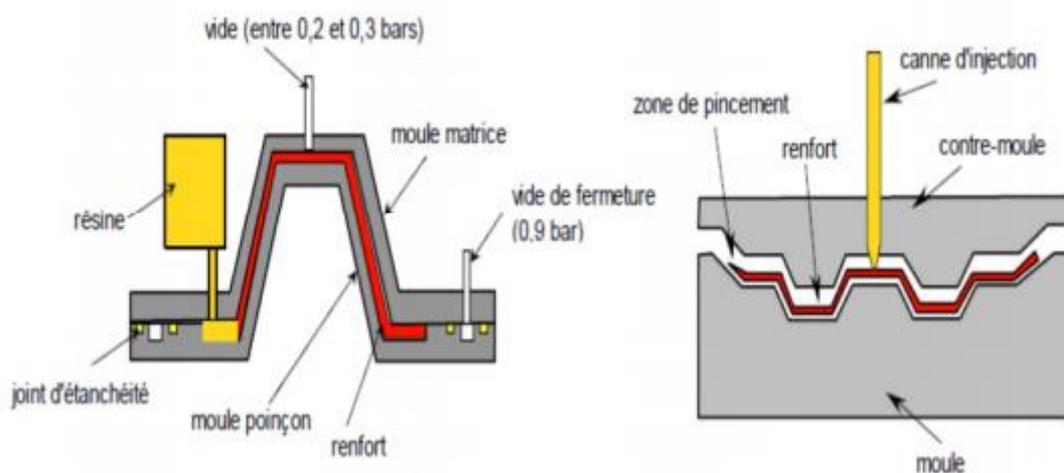


Figure I-15 : Le principe de Moulage par injection basse pression de résine – RTM [56].

I-7-3 Moulage par injection de compound – BMC :

Le compound B.M.C (Bulk Molding Compound) préparé dans un malaxeur est une masse à mouler constituée de résine, de charges et d'adjuvants divers, renforcée par des fils de verre coupés. Le compound est moulé à chaud (130 - 150 °C) par injection (principalement) entre moule et contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) de fermeture du moule entraîne le fluage de la matière préalablement dosée et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court permet un démoulage rapide [56].

I-7-4 Moulage par compression de mat pré imprégné – SMC :

Le mat pré imprégné SMC (Sheet Molding Compound) est constitué d'une nappe de fils coupés ou continus, imprégnée par un mélange de résine polyester, de charges et d'adjuvants spécifiques divers. Découpé en flans de masse et dimensions déterminées, le mat préimprégné est moulé à chaud (140 à 160 °C) par compression entre un moule et un contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) entraîne le fluage de la matière et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court (en fonction de l'épaisseur) permet un démoulage rapide [56].

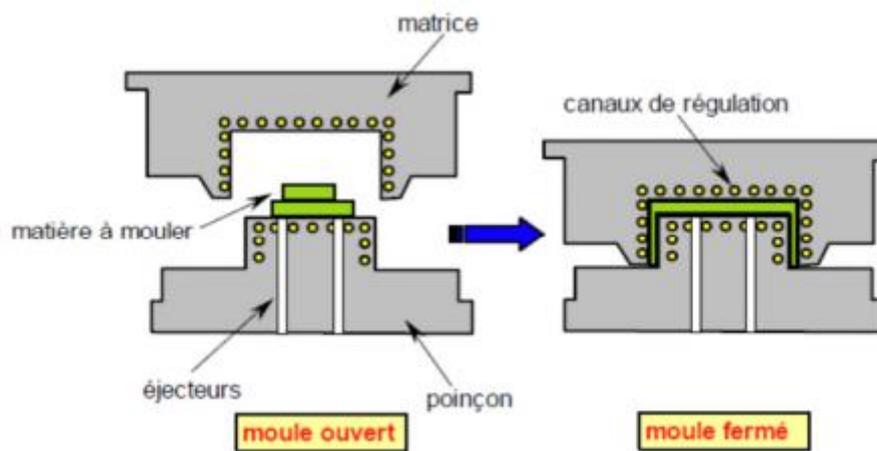
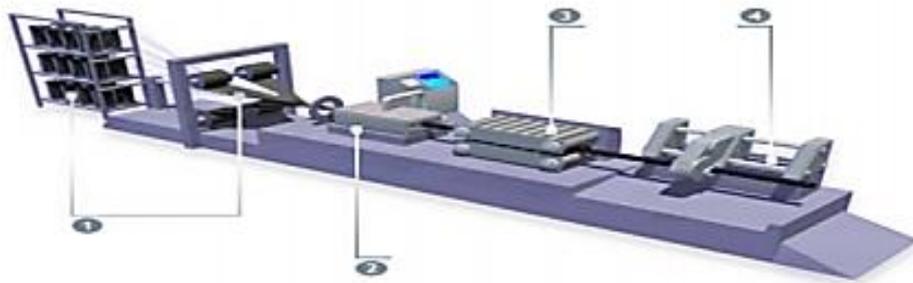


Figure I-16 : Principe de Moulage par compression de mat preimprégné – SMC [56].

I-7-5 Moulage par pultrusion :

Le procédé est destiné à la réalisation en continu de profilés de sections constantes. Des renforts continus, mats et tissus en bandes de largeurs appropriées, tirés par un banc de traction situé en fin de ligne de production, sont successivement prédisposés de façon précise, imprégnés de résine et mis à la forme désirée par passage à travers une filière chauffée dans laquelle s'effectue le durcissement de la résine [57].

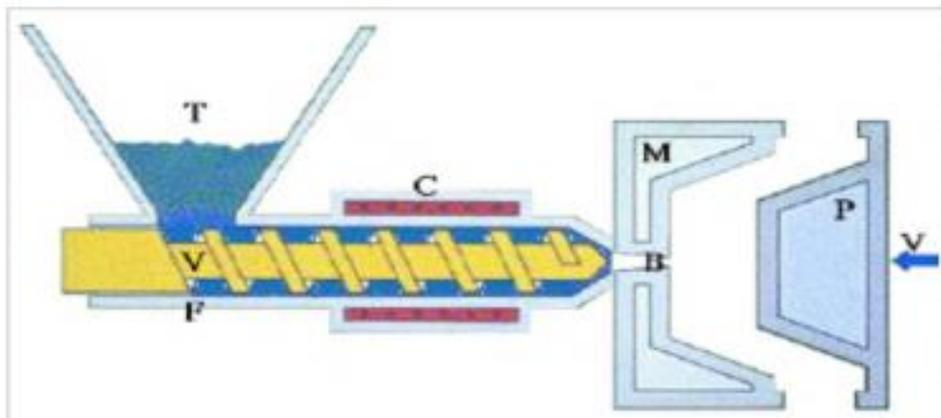


1 : Renfort. 2 : moule de pultrusion. 3 : unité de tirage. 4 : unité de sciage.

Figure I-17 : Principe de moulage par pultrusion [57].

I-7-6 Injection :

Le procédé d'Injection permet d'obtenir en une seule opération des pièces finies, de formes complexes ou non, dans une gamme de poids de quelques grammes à plusieurs kilogrammes [57].



T : Granulés de polymère. C : Chauffage. V : Vis. F : Cylindre.
M : Partie fixe du moule. P : Partie mobile du moule. B : Buse d'injection

Figure I-18 : Pièces en composite injecté [57].

I-8 Application des composites à base des fibres végétales :

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'écoconception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines [58].

I-8-1 En automobile :

Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieur (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés).[59]

I-8-2 En construction

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment.

I-8-3 Autres applications :

La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [60].

I-9 Architecture des matériaux composites :**I-9-1 Monocouche:**

Les monocouches représentent l'élément de base et essentiel de la structure composite. Les types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres continue, à fibres courtes, fibres tissés et mat [61].

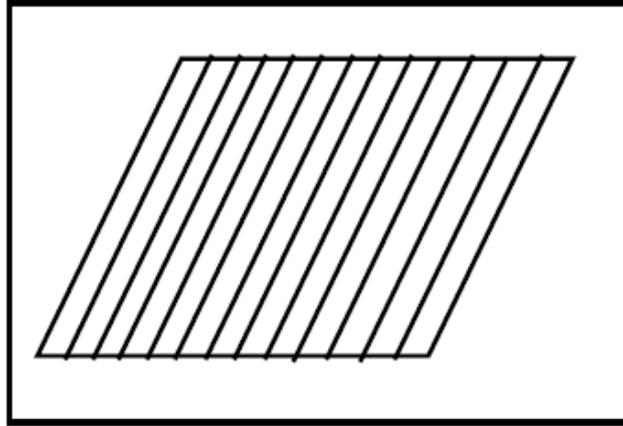


Figure I-19 : Couche de composite.

I-9-2 Stratifié :

Les stratifiés sont constitués de couches successives (appelées plis) de renforts (Fils, stratifiles, mat, tissus, etc.) Imprégnés de résines [61].

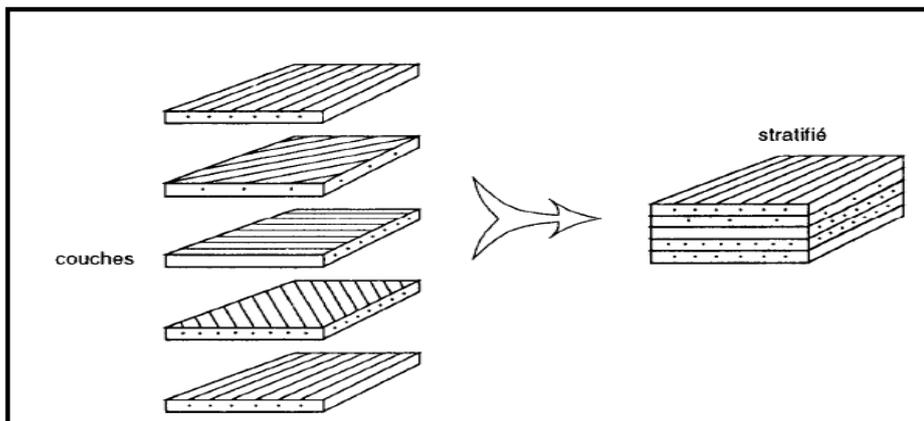


Figure I-20 : Constitution d'un stratifié.

I-9-3 Sandwichs :

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure permettant de concilier légèreté et rigidité. C'est un excellent isolant thermique [61].

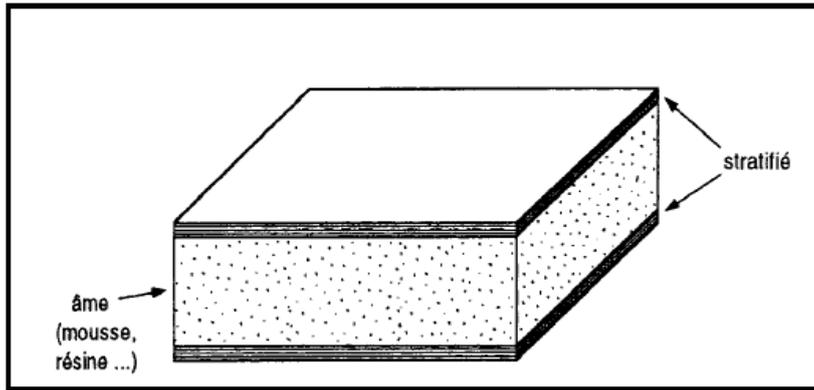


Figure I-21 : Matériaux sandwichs à âmes pleines.

I-10 Principaux avantages et inconvénients des matériaux composites à charges végétales :

Tableau I-3 : avantages et inconvénients des matériaux composites [59-61].

avantages	inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> -Légèreté -Grande résistance à la fatigue (durée de vie augmentée) -Liberté de formes -Maintenance réduite -Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion -Insensibles aux produits chimiques sauf les décapants de peinture qui attaquent les résines. -Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne. -Très forte anisotropie. -Une bonne isolation électrique. 	<ul style="list-style-type: none"> -Sont hydrophile. - Faible stabilité dimensionnelle. -La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte. -Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants; -Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.

CHAPITRE II

Partie analytique

Analyse critique d'une étude intitulée « Fabrication, Characterization, and Evaluation of Luffa cylindrica Fiber Reinforced Epoxy Composites »

(Sudhir Kumar Saw & al, 2013)

Chapitre II : Analyse critique d'une étude intitulée « Fabrication, Characterization, and Evaluation of Luffa cylindrica Fiber Reinforced Epoxy Composites ».

À la suite des conditions sanitaires actuelles faisant face au covid-19, nous n'avons pas pu réaliser la partie expérimentale, nous avons néanmoins bien détaillé la partie théorique du mémoire.

Nous avons effectué une analyse critique d'un article intitulé « Fabrication, Characterization, and Evaluation of Luffa cylindrica Fiber Reinforced Epoxy Composites ».

Référence: Sudhir Kumar Saw, Raghwendra Purwar, Sourabh Nandy, Joyjeet Ghose, and Gautam Sarkhel. *BioResources*8(4), 4805-4826, 2013.

Introduction :

Ces dernières années, il y a eu une reprise d'intérêt pour l'usage des matériaux renouvelables tels que les fibres végétales, due à l'augmentation des soucis environnementaux avec les caractéristiques uniques de ces fibres. Une connaissance approfondie de la morphologie de ces fibres aide à la compréhension de leurs propriétés observées en termes de paramètres structuraux, tels que la taille et la forme des cellules et les constituants du produit chimique.

À cet égard, cette étude s'est concentrée sur l'utilisation de Luffa cylindrica comme fibre qui est facilement disponible en raison de sa distribution naturelle, ainsi que certains avantages inhérents par rapport aux autres fibres pour sa capacité de renouvellement, sa biodégradabilité, son réseau naturel (arrangements spéciaux), sa résistance élevée et son module initial [62].

La culture du luffa dans le monde n'a cessé d'augmenter au cours des 20 dernières années en réponse à la demande croissante de sources de fibres renouvelables et de pratiques agricoles propres. Il est obtenu à partir du fruit de deux espèces cultivées du genre Luffa dans l'équilibre. La famille des cucurbitacées, Luffa cylindrica (fruit lisse) et Luffa acutangulée ou aegyptiaca (fruits coudés). La fibre de luffa n'est pas un filament unique comme la fibre de verre, mais plutôt un faisceau de fibrilles de cellulose formant un système vasculaire fibreux dans une structure hiérarchique. On le trouve dans les pays tropicaux et subtropicaux d'Asie (Inde, Chine, Pakistan et Indonésie), d'Afrique et d'Amérique du Sud. Le fruit jeune et verdâtre est consommé comme un légume dans le monde entier. Le fruit mûr et séché constitue la source de Luffa cylindrica ou fibre de luffa, éponge végétale ou courge éponge et est utilisée comme fibre industrielle comme le montre la figure II-1.



Figure II-1 : Une photographie de Luffa cylindrica fibre.

Un grand nombre de polymères qui présentent de bonnes performances en tant que matériaux matriciels offrent une large gamme de propriétés et offrent donc une grande variété de matériaux composites [63] par rapport aux matériaux thermoplastiques tels que le polyéthylène, le polypropylène, les polyamides, etc.,

La surface de la fibre de luffa a de nombreux groupes alcools, des groupes carboxyliques limités (acides), des groupes réducteurs (aldéhydiques) et des groupes phénol qui offrent une large portée pour l'ancrage chimique des segments de groupe époxyde sur la résine. Des traitements chimiques des fibres de luffa utilisant de l'hydroxyde de sodium et de l'alcool furfurylique induits par des quinines générées par oxydation ont été réalisés dans le cadre de cette recherche.

Un point important à considérer est que les réactifs utilisés dans le traitement chimique ne peuvent pas être trop chers, et idéalement, les traitements doivent impliquer un nombre limité de composés obtenus à partir de sources non renouvelables.

L'idée principale de cette expérience est d'observer la conversion des groupes fonctionnels polaires hydrophiles de la fibre en groupes fonctionnels hydrophobes avec une adhérence accrue avec la matrice. Les fibres modifiées ont été caractérisées par spectroscopie IRTF et analyse élémentaire. Les propriétés thermiques, mécaniques et morphologiques des composites époxy renforcés de fibres de luffa, traités chimiquement ont été comparées à celles obtenues pour les composites époxy renforcés de fibres de luffa non traitées. La méthode de l'état instable de diffusion basée sur la loi de Fick, a été utilisée pour tous les composites de cette étude afin de déterminer le coefficient de

diffusion en mesurant l'évolution du poids composite en fonction du temps jusqu'à atteindre le poids d'équilibre [64].

II-1 Expérimentale :

II-1-1 Les matériaux :

La fibre de luffa cylindrica a été obtenue à partir de produits Tristar Limited, Noida, Inde (entreprise indienne). Comme première étape, ils ont découpé soigneusement la fibre de luffa pour séparer le noyau interne (noyau central) du noyau extérieur du tapis. Seul le noyau du tapis extérieur a été utilisé dans cette étude.

Les propriétés physiques de la fibre de luffa cylindrica sont présentées dans le tableau II-1 ci-dessous :

Tableau II-1 : Les propriétés physiques de la fibre de luffa cylindrica [64].

Constituants chimiques %		Propriétés physiques de la fibre de luffa	
Cellulose %	63.0 ± 2.5	Densité (gm/cc)	0.92 ± 0.10
Lignine %	11.69 ± 1.2	Diamètre (µm)	270 ± 20
Hémicelluloses %	20.88 ± 1.4	Ratio d'aspect	340 ± 5
Cendre %	0.4 ± 0.10	Angle micro fibrillaire(°)	12 ± 2

Les résines époxy utilisées sont un mélange de deux éléments : le diglycidyl éther de bisphénol A (DGEBA) avec un indice d'époxy de 0,51 et une densité de 1,1 à 1,5 g/cm³, fourni par Dow Chemicals, Mumbai, Inde sous le nom commercial Araldite, et un durcisseur de HV 953 IN. La résine et le durcisseur ont été utilisés tels qu'ils étaient. Les propriétés typiques de la résine époxy sont présentées dans le tableau II-2 ci-dessous : Les produits chimiques utilisés pour la modification de la surface de la fibre sont : l'hydroxyde de sodium, alcool furfurylique, chlorite de sodium, acétone et autres réactifs ont été obtenus à titre analytique auprès de Central Drug Houses (CDH) Pvt. Ltd. New Delhi, Inde.

Tableau II-2 : Les propriétés typiques de la résine époxy [64].

Propriétés	Évaluation
Apparence	Un liquide blanc laiteux
Poids spécifique	1.12
La viscosité	550
Contenu (%)	84
Résistance à la traction (Mpa)	6.9
Module de traction (Mpa)	166
Résistance aux chocs (kj/m ²)	1.1

L'hydroxyde de sodium :

Formule chimique: NaOH

M = 40 g·mol⁻¹

Etat et couleur: solide de formes variables, blanc.

L'alcool furfurlyque :

Formule : C₅H₆O₂

Masse volumique : 1,13 g/cm³

T° d'auto-inflammation : 491 °C

Formule brute : C₅H₆O₂;

Chlorite de sodium :

Formule : NaClO₂

Masse molaire : 90,44 g/mol

Masse volumique : 2,5 g/cm³

Formule brute : NaClO₂.

II-1-2 Traitement de la fibre de luffa cylindrica :**II-1-2-1 Traitement alcalin :**

Le traitement alcalin est une méthode employée pour produire des fibres de haute qualité et ce par l'élimination d'une certaine quantité de lignine, des pectines, de cires et d'huiles naturelles couvrant la surface externe de la paroi cellulaire des fibres [64].

Ils ont préparé la fibre de luffa dans des dimensions de 100 mm x 100 mm, ils ont nettoyé la fibre avec de l'eau distillée pour éliminer les impuretés, puis séchée.

Ils ont immergé la fibre de luffa dans une solution de NaOH à une concentration de 5%, pendant 2h, et à une température de 50°C, dans un bain à ultrasons (modèle UD80SH2L) de M/s (Analytical Instruments Consortium, Kolkatta, Inde). Ils ont retiré la fibre de la solution de NaOH, Puis elle a été immergée dans une solution d'acide acétique diluée (2N), à la fin, ils ont nettoyé la fibre avec de l'eau distillée. Un pH final de 7 a été maintenu. Ensuite ils ont séché les fibres de luffa à température ambiante pendant 48 h, suivie d'un étuvage à 70° C pendant 5 h. Le traitement alcalin réduit le diamètre des fibres et augmente les caractéristiques d'adhérence de la surface des fibres avec la résine (L/d). Par conséquent, parmi les résultats de l'étude menée, une meilleure adhésion de l'interface fibre-matrice a été remarquée, car elle facilite à la fois les réactions mécaniques de verrouillage et de collage [64].

II-1-2-2 Oxydation de la fibre de luffa :

Des fibres brutes (2g) ont été oxydées avec un dioxyde de chlore aqueux (ClO_2) solution (18 ml, 1,88 mmol), des réactions sont formées en milieu aqueux entre chlorite de sodium et l'acide acétique. Après la réaction d'oxydation, les fibres de couleur jaune-rouge ont été nettoyées avec de l'eau désionisée jusqu'à la neutralisation [64].

- **Greffage d'alcool furfurylique (FA) sur fibre de luffa oxydée :**

Ils ont imprégné les 2g de la fibre de luffa oxydée dans 11,35 g de l'alcool furfurylique, l'ensemble est chauffé à 100 ° C pendant 2 h en présence du gaz N_2 . Ils ont éliminé l'excès d'alcool furfurylique par un lavage avec l'éthanol suivi d'un séchage des fibres à 50°C pendant 24 h. Cette fibre était désignée comme fibre de luffa greffée FA [64].

- **Fabrication de matériaux composites :**

Pour la fabrication des composites, une nouvelle technique a été adoptée par les deux chercheurs, cette technique est une méthode de stratification manuelle suivie d'un moulage par compression. Ils ont imprégné les fibres de luffa traitées et non traitées séparément de résines époxy dans un moule de dimensions 100 mm x 100 mm x 3 mm pour la fabrication des composites. Dans chaque composite, le rapport pondéral de la matrice et la fibre a été maintenu à 70/30.

Afin de durcir la résine, les auteurs de ce travail ont incorporé de la résine époxy et un durcisseur amine avec un rapport pondérale 70/30 dans 100 ml d'acétone. Ils ont dégazé la solution de la matrice préparée avant de la verser et ils ont laissé le composite durcir pendant 24 h à température ambiante. Par la suite, le composite a été moulé par compression à 5 MPa et 100°C pendant une heure suivie d'un post-durcissement à 105°C pendant une demi-heure dans un four. Avant de fabriquer le composite, la presse a été dégazée pour éliminer les bulles d'air et les vides.

Des couches simples ont été ajoutées successivement afin de produire un stratifié composite de 3 mm d'épaisseur.

Un échantillon de matrice époxy pur a également été préparé par les deux chercheurs pour comparer les propriétés des composites de luffa non traitées et traitées. Les éprouvettes pour les essais mécaniques, les propriétés thermiques et l'absorption d'eau, ont été découpé des stratifiés composites selon les normes ASTM [64].

II-1-3 Caractérisation de la fibre, de la résine époxy et des composites :

II-1-3-1 Analyse élémentaire :

C'est une technique qui permet de déterminer le pourcentage en masse du Carbone, de l'Hydrogène, de l'Azote, du Soufre et de l'Oxygène dans les composés organique [66].

Le rapport O/C résultant de l'analyse élémentaire de la fibre *Luffa cylindrica* traitée et non traitée (réalisée avec un analyseur élémentaire (modèle: Vario EL III; marque: M/s Elementar, Allemagne) est donné dans le tableau II-3.

II-1-3-2 Spectroscopie IRTF :

La spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF, modèle IR Prestige-21, Shimadzu Corporation, Japon) a été utilisée pour suivre l'évolution de la composition chimique de la surface de la fibre. Les spectres IRTF à l'état solide utilisant des pastilles de bromure de potassium (KBr) de fibres de luffa non traitées, traitées avec un alcali, oxydées et greffées FA ont été enregistrés. Cette technique consiste à découper les échantillons de fibres en petits morceaux avec des ciseaux, puis à les tamiser à travers un tamis de 120 mesh, suivi de la préparation des pastilles KBr en mélangeant environ 1 mg d'échantillon avec 100 mg de poudre KBr de qualité infrarouge de haute pureté. Le KBr a été préalablement séché au four pour réduire l'interférence de l'eau. Les spectres qui ont été enregistrés dans la gamme de 4000 à 400 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} et 20 balayages, ont été effectués pour chaque échantillon en mode de transmission. La superposition des spectres est représentée sur la figure II- 2 [64].

II-1-3-3 Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) :

C'est une technique d'analyse thermique, elle mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence.

L'analyse DSC de la résine et des composites a été réalisée en un DSC Q dix analyseur thermique (TA Instruments, New Castle, DE, USA) sous atmosphère d'azote (50 ml/min). La DSC a été utilisé

pour analyser la réaction de durcissement de la fibre de luffa avec une résine époxy à une vitesse de chauffage de 10°C/min de 20 à 400°C, en prélevant 8 à 10 mg de l'échantillon dans un bac à échantillon de liquide hermétique en aluminium standard. Les thermogrammes DSC mesurés sont illustrés sur la figure II-3 [64].

II-1-3-4 Analyse thermogravimétrique (ATG) :

La ATG dynamique de composites époxy purs, non traités et traités chimiquement a été réalisé dans un DTG-60 (Schimadzu Corporation, Kyoto, Japon) de 30 à 700 ° C dans un creuset en platine à une vitesse de chauffage de 10°C/min sous un courant d'azote atmosphère (30 ml/min) pour trouver la stabilité thermique des matériaux. Pour chaque scan, ils ont prélevé 8 à 10 mg d'échantillon composite. Les résultats des thermogrammes ATG sont présentés sur la figure II-4 et le tableau II- 4 [64].

II-1-3-5 Propriétés mécaniques :

Un essai de traction a été réalisé avec des éprouvettes rectangulaires (largeur 10 mm, épaisseur 3 mm) à l'aide d'une machine de traction universelle (modèle 3366, Instron, Londres, Royaume-Uni) d'une capacité de 500 kN, d'une longueur de référence de 80 mm et d'une vitesse de traverse de 1 mm / min, selon ASTM D 638 [67]. Tous les tests ont été réalisés à température ambiante et à 50% d'humidité relative. Pour l'époxy pur et ses composites, six tests ont été réalisés avec chaque échantillon. Les échantillons standards ont été inspectés visuellement avant la mesure et se sont révélés exempts de pores et d'entailles. Les résultats sont décrits sur les figures II-5(a et b) [64].

La résistance aux chocs de l'époxy pur et de ses composites a été mesurée avec une machine d'essai de choc Charpy, Izod standard (modèle IT 1.4; Fuel Instruments, Mumbai, Inde), selon ASTM D 256 [67]. Les mesures ont été effectuées sur des échantillons non entaillés (70 mm x 10 mm x 3 mm) avec une vitesse d'impact de 1 m / s, un poids de marteau de 4,580 kg, une hauteur de 203,70 mm et une énergie de 1,4 joules. L'éprouvette est supportée par une poutre en porte-à-faux verticale et a été cassée par un seul balancement d'un pendule qui a frappé la face de l'éprouvette. La résistance aux chocs a été notée sur le compteur à cadran monté sur la machine à température ambiante. Pour chaque échantillon, six mesures ont été enregistrées et des valeurs moyennes ont été rapportées. L'étude de la résistance aux chocs est représentée sur la figure II- 5c [64].

II-1-3-6 Microscopie électronique à balayage (MEB) :

Pour étudier la morphologie de l'interface fibre-matrice dans les échantillons des composites, les échantillons d'essai de traction ont été fracturés dans l'azote liquide après 15 à 20 min de congélation dans l'azote liquide. Les surfaces fracturées ont été recouvertes d'une fine couche d'or métallique dans un appareil de revêtement par pulvérisation automatique (JEOL JFC-1600) pour rendre la surface conductrice et analysées par un microscope électronique à balayage (JEOL JSM 6390 LV). Les morphologies de surface de l'échantillon de fibre avant et après les traitements chimiques ont également été observées à l'aide du même microscope. L'image résultante est représentée sur la figure II- 7 [64].

II-1-3-7 Test d'absorption d'eau :

Des tests d'absorption d'eau ont été réalisés conformément à la norme ASTM D 5229 [67]. Avant le test, le poids de chaque échantillon a été mesuré. Trois échantillons de chaque composite formulé ont été immergés dans de l'eau distillée à différentes températures (23,50 et 100°C, respectivement). Les spécimens ont été retirés de l'eau après un certain temps et sont essuyés avec un papier de soie doux avant de mesurer leur poids. Après les mesures du poids, les spécimens ont été nouveau immergés dans l'eau. Le test d'absorption d'eau a été poursuivi pendant plusieurs heures jusqu'à ce qu'un poids constant des échantillons soit atteint. Les résultats sont reportés sur la figure II-6 [64]. Le pourcentage d'absorption d'eau [WA (%)] est calculé en utilisant le calcul formule suivante :

$$\frac{\text{poids du composite absorbé par l'eau} - \text{poids du composite sec}}{\text{poids du composite sec}} \times 100 = W\%$$

II-2 Résultats et discussion :**1-Traitement chimique de la surface de la fibre :**

Le traitement alcalin perturbe la liaison hydrogène dans la structure de la fibre qui augmente la rugosité de la surface de la fibre. Ce traitement élimine une certaine quantité de la lignine, la cire et des hémicelluloses de la paroi cellulaire de la fibre. L'ionisation des groupements hydroxyles des fibres en alcoolate augmente la résistance et la rigidité de la fibre et par conséquent leurs propriétés mécaniques sont améliorées [68] [69].

Ils ont choisi l'alcool furfurylique (FA) comme des réactifs car ces derniers peuvent être obtenus à partir de biomasse de déchets renouvelables.

La fibre de luffa non traitée a été sélectionnée pour le greffage d'alcool furfurylique suivi d'une oxydation avec du chlorite de sodium générant ortho-et para- quinones à sa surface.

2-Analyse élémentaire de la fibre :

L'analyseur élémentaire a été utilisé pour déterminer les concentrations atomiques des fibres de luffa non traitées et traitées chimiquement. Les résultats sont présentés dans le tableau II-3.

Les résultats de cette analyse ont montré des différences significatives dans le pourcentage atomique du rapport O/C.

Tableau II-3 : Résultats de l'analyse élémentaire [64].

Echantillon	% C	% H	% N	% O	% S	Rapport O/C
Luffa non traitée	56.47	5.45	0.08	32.61	0.50	0.58
Luffa traité alcali	53.62	4.55	0.08	35.33	0.48	0.66
Luffa oxydé	53.01	4.37	0.08	35.57	0.37	0.67
Luffa greffé FA	53.87	5.13	0.08	38.2	0.22	0.71

Ce rapport était de 0.58 pour les fibres non traitées. Cela indique qu'il y avait encore de la lignine sur la surface des fibres. Lorsque ce rapport atteint 0.83, l'échantillon est considéré comme de la cellulose pure. La valeur a été augmentée à 0.66 pour les fibres traitées au milieu alcalin, cela peut être prévu en raison de la suppression de certaines parties de la lignine et l'hémicellulose et une augmentation de la teneur en cellulose ; tandis que pour les fibres greffées, la valeur a atteint son

maximum (0.71). On peut conclure que le greffage des fibres a donné des meilleurs résultats que le traitement alcalin [64].

3-Analyse spectrale de la fibre :

Ils ont présenté les différents spectres infrarouges de la fibre de luffa non traitée, traitée avec un alcali, oxydée et greffée FA dans la figure II-2.

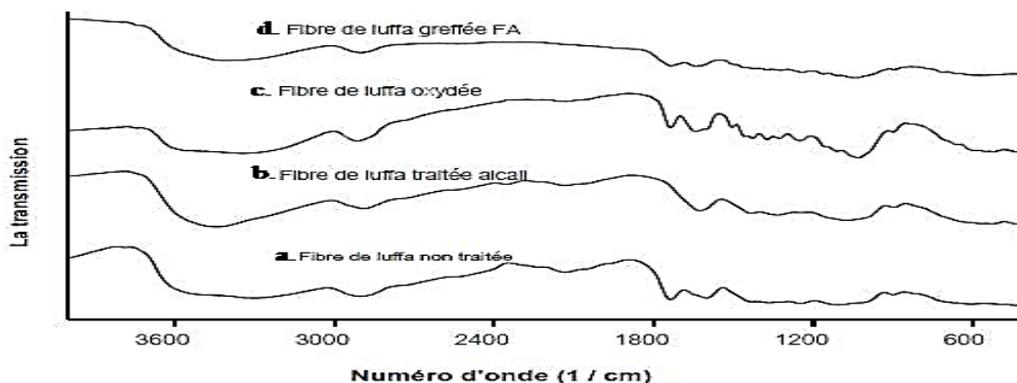


Figure II-2 : Les spectres IRTF de fibre de luffa non traitée, traitée alcali, oxydée et greffée FA [64].

D'après la comparaison des spectres IRTF de fibres non traitées et chimiquement traitées, Ils ont remarqué qu'il y avait des différences dans les spectres. Les caractéristiques du spectre de la fibre de luffa sont dues à ses constituants tels que la cellulose, la lignine et les hémicelluloses (Khan et coll. 2005).

- Ils ont observé que la largeur de la bande $-OH$ a diminué davantage pour la fibre traitée avec un alcali et moins pour la fibre oxydée, comme le montrent les figures II-(2b et 2c), respectivement, par rapport à la fibre non traitée.
- Ils ont remarqué qu'aucun changement significatif n'a été observé dans les spectres entre les fibres de luffa non traitées et greffées FA. En démontrant que le petit pic à 2900 cm^{-1} a été attribué aux vibrations d'étirement CH des groupes méthyle et méthylène de la cellulose et de la lignine, respectivement, dans tous les spectres de la fibre de luffa [64].

4- Influence de la modification de la surface des fibres sur les propriétés thermiques des composites :

La figure II- 3 montre les thermogrammes DSC de composites à base d'époxy pré-durcis contenant des fibres de luffa non traitées, traitées avec un alcali et greffées d'alcool furfurylique et celles de résine époxy pure pré-durcie.

Dans les thermogrammes DSC, tous les composites montrent deux pics de transition, un endothermique à environ 100°C et un pic exothermique à > 200°C, alors qu'un pic exothermique à une température comparativement plus élevée (> 370°C) apparaît pour une résine époxy pure.

Pour les composites de luffa non traités, le pic endothermique à environ 100°C était dû à l'élimination de l'humidité et d'autres matières volatiles présentes dans les fibres, tandis que ce pic se déplaçait à une température plus élevée pour les composites de luffa traités chimiquement c'est à dire à 106°C pour un traitement alcalin et 110°C pour les composites de luffa greffés FA. Il n'y avait pas de pic endothermique pour le composite époxy pur, et une ligne de base plate a été observée indiquant l'absence d'humidité sur sa surface. Un pic exothermique a été obtenu pour les réactions de durcissement de la matrice époxy [64].

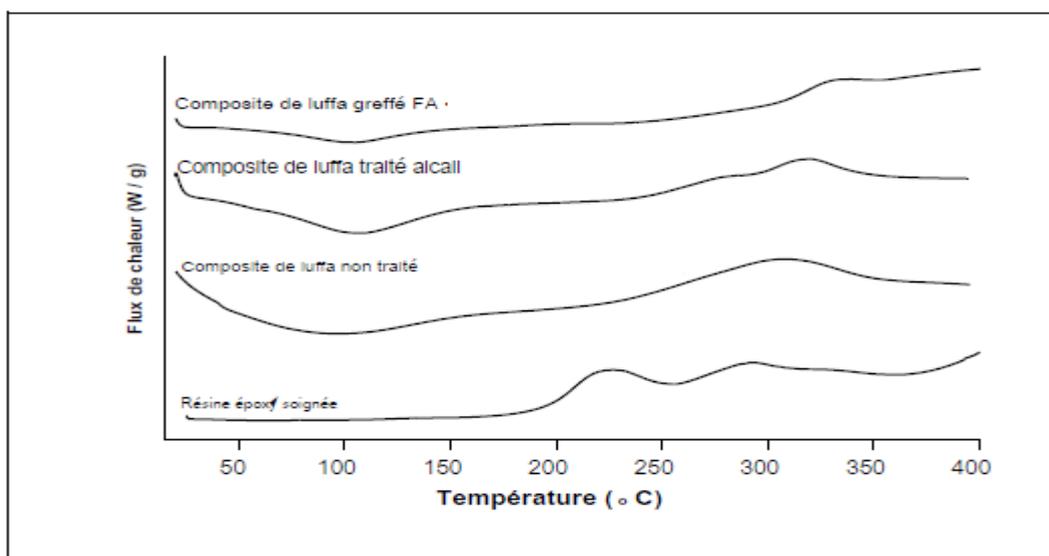


Figure II-3 : Thermo-grammes DSC d'époxy pur et de ses systèmes composites [64].

5-Analyse thermogravimétrique de l'époxy pur et de ses systèmes composites :

D'après la figure II-2, les chercheurs ont constaté que la dégradation thermique de tous les échantillons a eu lieu dans l'intervalle programmée de 30 à 700°C.

La ventilation de l'humidité et des autres produits volatils présents dans les échantillons à la température 100°C provoquant une perte de poids. Ils ont remarqué que la décomposition thermique a commencé à des températures comparativement plus élevées que celle de la matrice époxy pure. La décomposition de l'époxy pur a commencé à une température de 238°C. La décomposition à 100% s'est produite à 700°C, alors que les composites ont commencé à perdre du poids dans la plage de 255 à 335°C et une certaine quantité de résidus carbonisés ont été formés. Cela montre que l'incorporation de fibres dans un polymère époxy a amélioré la stabilité thermique des composites, ce qui était dû à une augmentation de la résistance et de la rigidité des fibres [64].

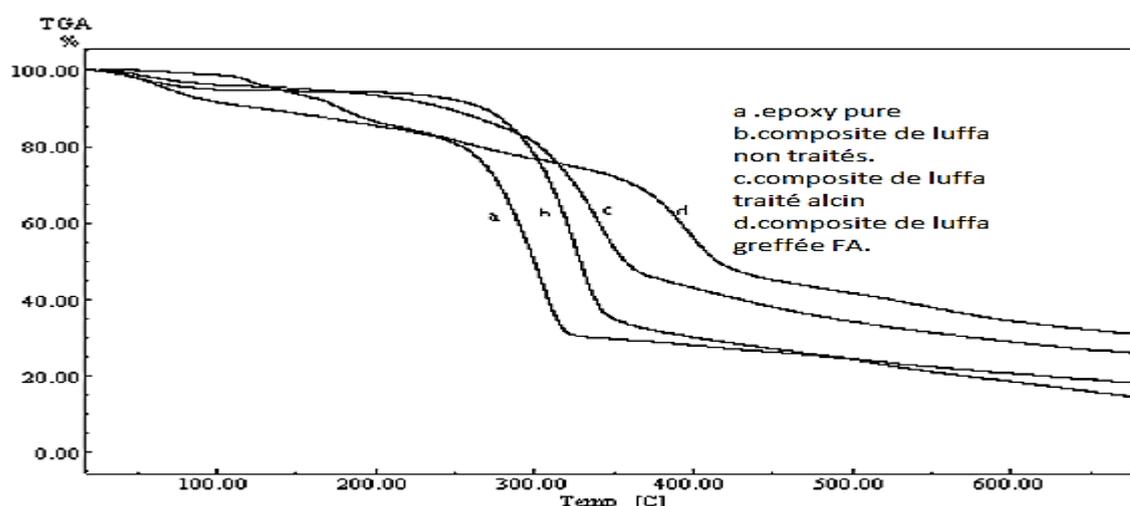


Figure II-4 : Analyse thermogravimétrique de l'époxy pur et de ses systèmes composites [64].

Les auteurs de l'étude ont fait référence aux données du tableau II-4, ils ont indiqué que la forte liaison interfaciale entre la fibre de luffa greffée et la matrice époxy a amélioré la stabilité thermique des composites.

Tableau II-4 : Données ATG obtenues pour l'époxy pur et ses composites [64].

Echantillon	T ₀ (C°)	T _{max} (C°)	T _f (C°)	% Résidu
Epoxy pur	223.42	256.2	700	0.5
Composites de luffa non traités	258.71	277.96	700	4.84
Composites traités par alcalins	273.58	284.37	700	23.76
Composites greffés FA	334.41	362.23	700	29.33

T_0 (C°) : La température du début de la dégradation.

T_{max} (C°) : température du taux maximal de la perte de la masse.

T_f (C°) : température finale de la décomposition.

6-Effet de la modification de la surface de la fibre sur les propriétés mécaniques des composites :

Ils ont évalué les propriétés mécaniques de l'époxy pur et les composites contenant à la fois des fibres non traitées et traitées, comme le montre la figure II-5. La résistance à la traction, le module de traction et la résistance aux chocs de l'époxy pur ont été enregistrés comme suit : 6,9 MPa, 166 MPa et 1,1 kJ/m², respectivement, comme le montre le tableau II-2. D'après les tests mécaniques appliqués par les deux chercheurs, on constate que la différence entre les fibres traitées et non traitées réside dans leur résistance à la contrainte de rupture, en effet, les fibres traitées résistent à une plus grande contrainte de rupture que les fibres non traitées. La variation des propriétés mécaniques telles que les propriétés de traction et d'impact des composites époxy/luffa a été évaluée [64].

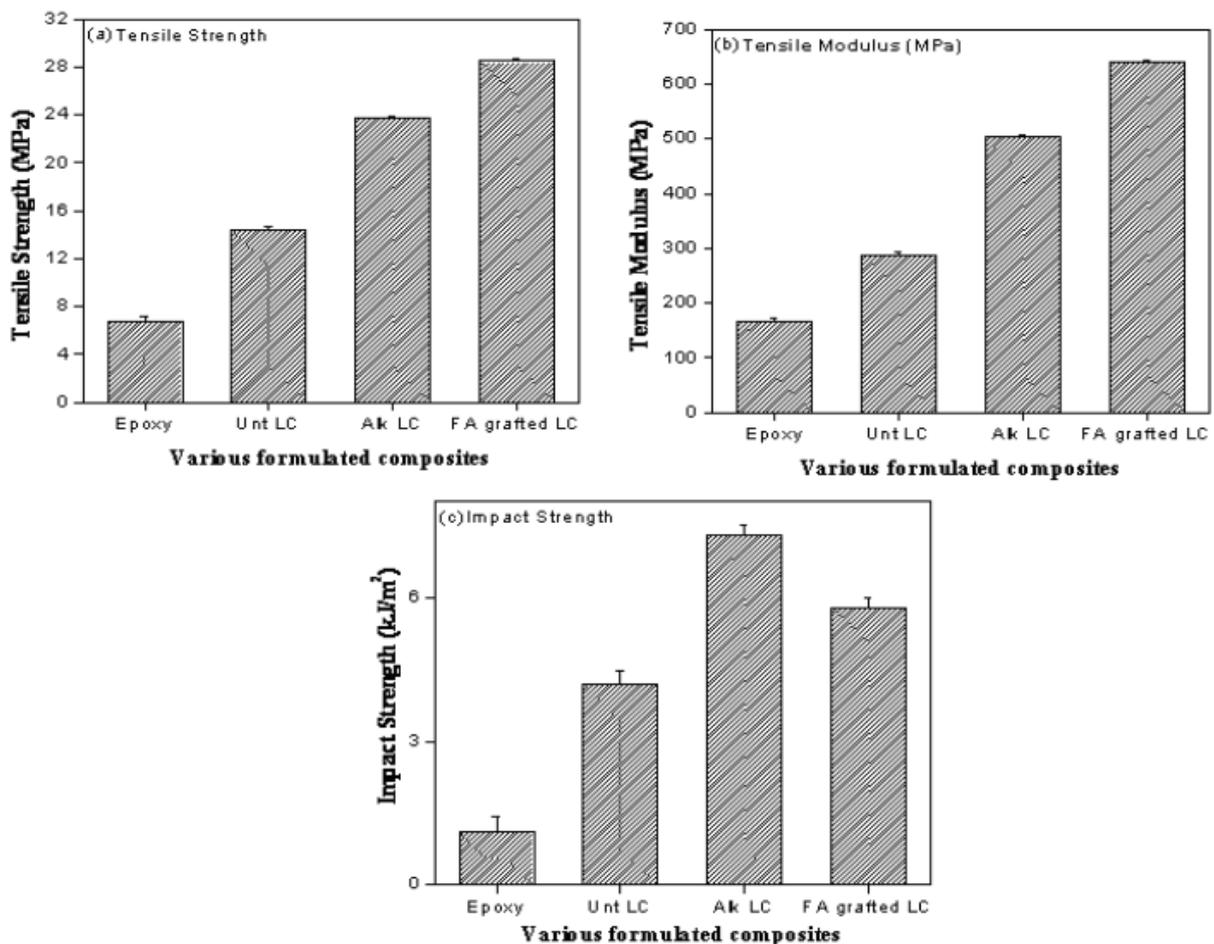


Figure II-5 : Propriétés mécaniques de l'époxy pur et de ses systèmes composites [64].

Tableau II-5 : propriétés mécaniques des fibres de luffa non traitées et traitées chimiquement [64].

Echantillons de fibres	Résistance à la traction (Mpa)	Module de traction (Mpa)	%Extension
Fibres de luffa non traitées	178.20	4263.84	3.12
Fibres de luffa traitées alcalin	192.70	5184.62	1.86
Luffa greffées FA	226.40	5865.70	1.74

Ils ont montré d'après la figure II-5 a et b, l'effet des traitements chimiques sur la résistance à la traction et le module des composites époxy renforcés de fibres de luffa.

Les propriétés mécaniques du composite ont été influencées par la résistance et le module des fibres comme indiqué dans le tableau II-5.

Le traitement chimique de la fibre a amélioré la liaison chimique et l'a aidée à résister à une charge de traction élevée par les composites qui ont été constituées [70].

Les valeurs des propriétés mécaniques observées par les deux chercheurs (figure II-5) pour les composites renforcés de fibres greffées FA étaient plus élevées que celles observées pour les composites de fibres traitées aux alcalis. Pour les composites de fibres greffées FA, la résistance à la traction et le module de traction ont été augmentés de 100% et 123%, respectivement, par rapport aux composites renforcées de fibres non traitées. Cependant, dans le cas des composites renforcées de fibres traitées aux alcalis, la résistance à la traction et le module n'ont augmenté que de 64% et 75%, respectivement.

Pour améliorer la résistance au choc, il faut augmenter la contrainte de frottement entre la fibre et la matrice.

Ils ont déduit que la résistance aux chocs des composites polymères renforcés de fibres dépend de la nature de la liaison interraciale de la fibre, polymère et la matrice. D'après leur comparaison des valeurs de résistance aux chocs de la matrice pure et de ses composites renforcés de fibres, ils ont déduit que pour tous les composites, la présence de fibres de luffa non traitées et traitées augmente la résistance aux chocs, c'est-à-dire les composites avaient une meilleure capacité d'absorption d'énergie par rapport à celle d'une matrice époxy pure. Les composites de fibres traités chimiquement avaient des valeurs de résistance aux chocs plus élevées que les composites de fibres non traitées, comme le montre la figure II-5 c [64].

Ils ont constaté que la résistance au choc des composites renforcées de fibres de luffa traitées aux alcalis était supérieure à celle des composites renforcés de fibres greffées FA.

7-Cinétique de l'absorption d'eau :

Tous les polymères et composites absorbent l'humidité dans les atmosphères humides et lorsqu'ils sont immergés dans l'eau. Les fibres naturelles absorbent plus d'humidité que les fibres synthétiques et les polymères. L'effet de cette humidité absorbée est la dégradation des propriétés telles que la résistance à la traction [71] [72].

L'absorption d'eau dans les matériaux composites peut se réaliser par trois mécanismes différents. Le processus principal consiste à diffuser des molécules d'eau à l'intérieur des micro-espaces entre les chaînes polymères. Les autres mécanismes courants sont le transport capillaire dans les interstices et les défauts aux interfaces entre les fibres et le polymère [73].

Ils ont présenté les résultats de l'absorption d'eau sur la figure II-6 [64] :

Les échantillons ont absorbé de l'eau très rapidement pendant les premières étapes (0 à 50 h), se rapprochant d'un point de saturation (sorption d'équilibre).

L'absorption d'eau du composite traité a atteint un point d'équilibre après 50 h, tandis que le composite non traité a continué à absorber l'eau lentement (Figure II-6).

Le taux d'absorption était plus faible pour les composites traités que pour les composites à base de luffa non traitées après 240 h d'émersion dans l'eau.

Le taux d'absorption d'eau a diminué dans l'ordre de non traité étant le plus élevé, suivi par un traitement alcalin, suivi par l'AF greffé étant le plus faible.

Les composites à base de fibres de luffa non traitées présentent des taux d'absorption d'eau plus élevés en raison de la nature hydrophile de la lignocellulose, ainsi qu'en raison de l'action capillaire dans la matrice lorsque les composites sont exposés à l'eau, la forte absorption d'eau entraîne des changements dans les propriétés dimensionnelles des échantillons. Cela pourrait être possible en raison d'une porosité plus élevée ou de l'existence de vides formés pendant le traitement qui pourraient accélérer la diffusion. La forte absorption d'eau entraîne des changements dans les propriétés dimensionnelles des échantillons (Sreekumar). Le taux d'absorption d'eau a diminué, le composite non traité étant le plus élevé, suivi par un traitement alcalin, puis par l'AF greffé qui est le plus faible.

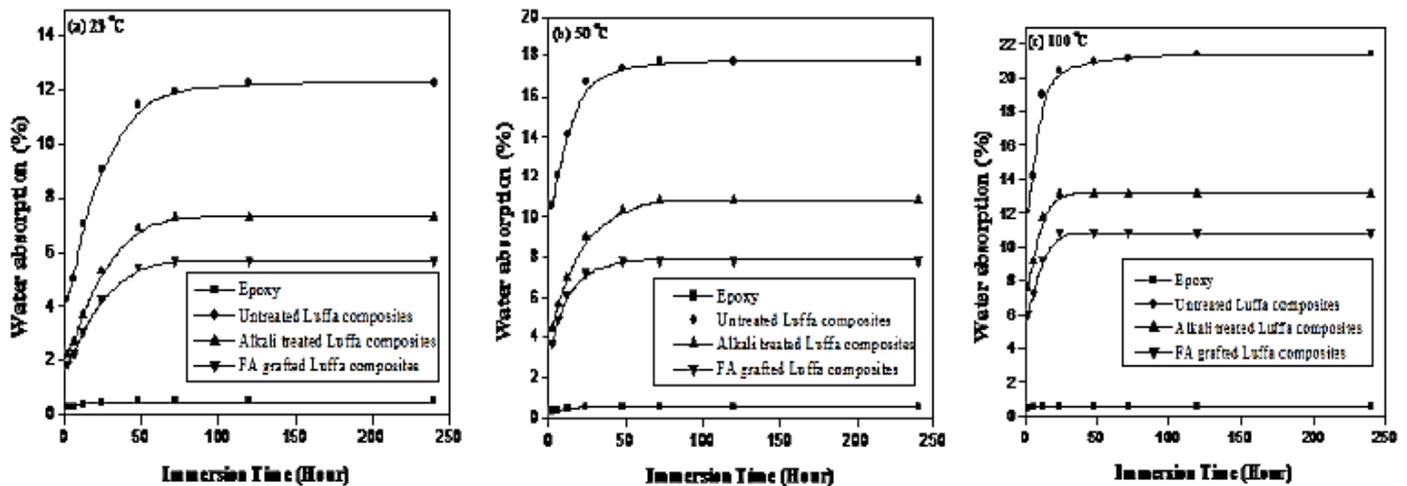


Figure II-6: Effet de la modification de la surface des fibres sur l'absorption d'eau des composites luffas / époxy à diverses températures [64].

8-Études morphologiques des surfaces composites fracturées par fibre et par traction :

Le MEB fournit une excellente technique pour l'examen de la morphologie de la surface des fibres. Selon la figure II-7, la forme de la fibre semble être une longue bande avec une surface non plane. Ils ont décrit qu'un grand nombre de rainures ou de canaux s'étendent plus ou moins parallèlement le long de la direction longitudinale des fibres. Les cires, huiles et petites particules ont fourni une couche protectrice sur la surface de la fibre [64].

Pour la figure II-7 b, ils ont montré un plus grand nombre de fissures de surface, par rapport à la figure II- 7 a.

Concernant la figure II-6c, ils ont constaté que le greffage d'alcool furfurylique autour de la surface de la fibre étendant les capacités de la fibre avec de la résine. Après la furfurylation, la surface de la fibre est devenue lisse et uniforme et son diamètre a été réduit [64].

Les photomicrographies MEB des surfaces de fracture par traction créées cryogéniquement de divers composites de luffa sont affichées sur la figure II- 7 (micrographies d à f).

Ils ont indiqué par les micrographies MEB de la figure II-7d que l'adhérence interfaciale entre la fibre non traitée et la matrice était médiocre en raison d'une faible liaison et de l'absence de toute interaction physique entre les deux composants [64].

D'après la figure II-7e, ils ont noté que les fissures se sont propagées le long de la matrice parce que la résistance à la traction de la matrice est inférieure à celle de la fibre traitée alcali [74].

La figure II-7f ci-dessous montre que la furfurylation de la fibre de luffa a créé un revêtement polymère d'alcool poly-furfurylique sur la surface de la fibre, ce qui a indiqué une meilleure adhérence interfaciale entre la fibre de luffa greffée FA et la matrice époxy [64].

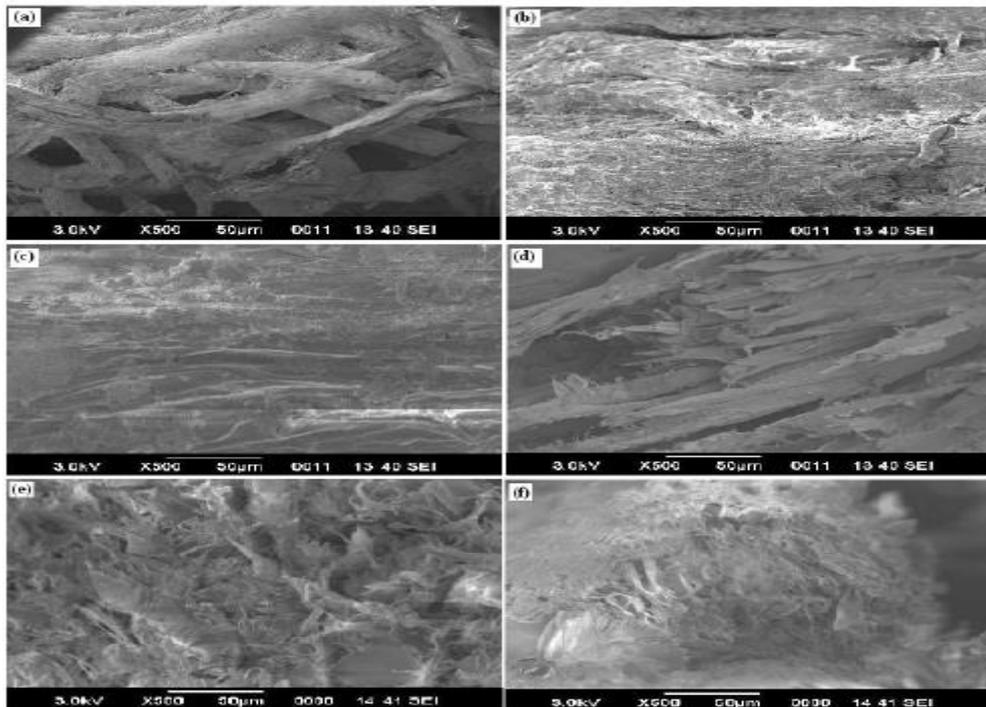


Figure II-7 : Micrographies MEB de composites à base d'époxy avec des fibres non traitées et traitées chimiquement [64].

Conclusion :

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'interface d'adhésion entre la fibre cylindrique de luffa et une matrice époxy. Le greffage de fibres de luffa avec de l'alcool furfurylique, a considérablement amélioré les propriétés thermiques, mécaniques et la résistance à l'eau des composites, ce qui est important pour certains domaines et applications comme l'industrie de l'automobile.

Comme en témoigne la morphologie de la surface de fracture et les propriétés thermiques, les composites renforcés avec de la fibre de luffa greffée FA ont une stabilité et une durabilité de haute performance, car la furfurylation facilite plus de sites de liaison de l'interface fibre-résine. Sur la base des spectres IRTF, il a été conclu que les changements spectraux avec furfurylation étaient nettement différents de ceux du traitement alcalin.

L'augmentation des résidus de charbon de 5% à 29% et la température de durcissement du pré-polymère de 258 à 334°C, dans le cas des composites de luffa greffés FA, permettent de les placer dans la catégorie des matériaux d'ingénierie. L'alcool furfurylique monomère de greffage avancé obtenu à partir de la biomasse de déchets renouvelables a de nombreuses caractéristiques souhaitées qui pourraient être utilisées dans diverses applications [64].

Ils On conclu que l'époxy peut être lié de manière covalente pour modifier les fibres de luffa et que ces dernières peuvent être utilisées pour générer des composites époxys avec des propriétés mécaniques et thermiques améliorées.

Conclusion générale

Conclusion générale :

D'après notre recherche théorique nous pouvons tirer les principales conclusions suivantes :

En premier lieu, nous avons constaté que les résines époxydes sont grandement utilisées dans les composites comme une matrice possèdent d'excellentes propriétés qui leurs permettent d'être indispensables dans de nombreux domaines d'activités.

La démarche expérimentale de Saw et al(2013), nous a permis d'évaluer le comportement physico-chimique, thermique et morphologique des matériaux composites à base d'une résine époxyde et la fibre de luffa. Au cours de leur caractérisation, ils ont traité la fibre de luffa par deux traitements chimiques : alcalinisation (2h d'agitation avec 5% de NaOH) et une oxydation avec 1N de NaClO₂ suivie d'un greffage avec l'alcool furfurlyque.

Les composites renforcés avec de la fibre de luffa greffée FA ont une stabilité thermique et une durabilité de haute performance, car la furfurylation facilite plus de sites de liaison de l'interface fibre-résine. Sur la base des spectres IRTF, il a été conclu que les changements spectraux avec furfurylation étaient nettement différents de ceux du traitement alcalin.

L'augmentation des résidus de charbon de 5% à 29% et la température de durcissement du prépolymère de 258 à 334°C, dans le cas des composites de luffa greffés FA, permettent de les placer dans la catégorie des matériaux d'ingénierie.

En fin, saw et al ont conclu que les fibres de luffa peuvent être un bon renfort pour améliorer les propriétés mécaniques et thermiques des composites à base d'une matrice époxyde.

Référence

Référence :

[1] : Adil. Sbiai, matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres, thèse de doctorat, Ecole doctorale Matériaux de Lyon, p77 ,**2011**.

[2] : A.Sbiai, A. Maazouz, E.Fleury, H.Sautereau, H. Kaddami, tempo-Mediated Oxidation of Lignocellulosic Fibers from Date Palm Leaves: Effect of the Oxidation on the Processing by RTM Process and Properties of Epoxy Based Composites,<http://dx.doi.org/10.5772/47763>,**2012**.

[3] : h. Kaddami, A.dufresne, B.khelifi, a. Bendahou a, M.taourirte, M.raihane, N.issartel, H. Sautereau, J.F. Gerard, N. Sami, Short palm tree fibers – Thermoset matrices composites, Insa Lyon ,**2006**.

[4] : Debabi Zahra « effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales utilisées dans un matériau composite » mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf -m'sila ,**2019**.

[5] : S.K. Saw, R.purwar, S. Nandy, J. Ghose, G. Sarkhel, Fabrication, Characterization, and Evaluation of Luffa cylindrica Fiber Reinforced Epoxy Composites, **2013**.

[6] : Hind el omar, Matériaux lignocellulosiques fonctionnels à partir de plantes vivaces marocaines et de pâtes commerciales, thèse de doctorat, Université Cadi Ayyad et de l'Université du Québec à Trois-Rivières, **2016**.

[7] : Belhadj Ahmed Fatiha, étude de la diffusion d'un matériau composite « résine époxy » mémoire de master, université des sciences et de la technologie d'Oran « Mohamed Boudiaf, **2016**.

[8] : Ardjoum Nadjat et Amri Fouzia, élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforcée par la fibre de bois issue des déchets de menuiserie, mémoire de master, université A.Mira de Bejaia, **2015**.

[9] : Berreur.L, Maillard.B.D, et Nösperger.s, « l'industrie française des matériaux composites », ministère de l'économie des finances et de l'industrie, p1-47,**2002**.

[10] : Jean-Marie Berthelot livre « mécanique des matériaux et structures composites » ismans 'institut supérieur des matériaux et mécaniques avancés 'le mans, France. **1999**.

[11] :Boudenne.A, « étude expérimentale et théorique des propriétés thermo-physiques de matériau composite à matrice polymère », université parisxii, **2003**.

Référence

- [12] : Jules.E.J, « couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », école nationale supérieure d'arts et métiers, **2001**.
- [13] : Bastioli, C.; Guanella, I.; Romano, G. *polym. Compos.* **1990**, 11, 1-9.
- [14] : Kausch.H.-H, Heymans.N, Plumer.C.J, and Decroly.P, « Matériaux polymères : propriétés mécaniques et physique»,**2001**.
- [15] : Guo-Hua Delmas, thèse « structure et application à l'élaboration de résines époxy », délivré par institut national polytechnique de Toulouse, 2011.
- [16] : Raskin A, Salomon JP, Sabbagh J. : Les résines composites Classification / Evolution. *Réalités Cliniques*, **2006**, accepté à publication.
- [17] : C.barrere, F.D.M., Résine époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés. *Revue de l'institut Français du pétrole* **1997**,52, (3).
- [18] : J. bertho « Vieillissement hygrothermique d'un assemblage acier galvanisé adhésif époxy : évolution de la tenue mécanique en fonction de l'état physico-chimique de l'adhésif », thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (**2011**).
- [19] : Mlle. Yaocihuatl Medina- gon zalez étude des phénomènes de solubilisation de pré-polymères de résine époxy dans les esters d'acide gras comme bio solvants Soutenue le 29 Septembre.
- [20] : résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés C. Barrère et F. Dalmaso Institut français du pétrole1 copyright **1997**.
- [21] : Gan S., Gillham J.K. Prime R.B., "A Methodology for Characterizing Reactive Coatings: Time-Temperature Transformation (TTT). Analysis of the Competition Between Cure, Evaporation and Thermal Degradation for an Epoxy-phenolic System", *J. Appl. Polym. Sci.*, (**1989**), Vol. 37, pp. 803-816.
- [22] : Thi hai yen Quach. Etude de la durabilité d'un primaire époxy anti corrosion : rôle de l'interphase polymère/métal et conséquence sur l'adhérence ; Soutenance prévue le 8 Mars **2010**.
- [23] : Pascault, J.P., Sautereau H., Verdu, J. and Willaimes, R.J.J, *thermostting polymers*.New York.**2001**.

Référence

[24] : Debabi Zahra et Bouguerra Afaf ; « effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales utilisées dans un matériau composite » université Mohamed Boudiaf -M'sila/**2019**.

[25] : mémoire fin d'étude en génie mécanique option génie des matériaux présenté par Abdelkebir Abderraouf. « l'effet de la température de mercerisation sur les propriétés du composite (tissus de jute /polyester) »;**2017/2018**

[26] : A. Mahfoudh, «Étude de la production et de la caractérisation de composites boisplastiques», Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université Laval, Québec,**2013**,101p.[Enligne],disponiblesur:https://www.google.dz/search?q=A.+Mahfoudh&oq=A.+Mahfoudh&aqs=chrome..69i57j69i60.809j0j1&sourceid=chrome&es_sm=93&ie=UTF8#q=%C3%89tude+de+la+production+et+de+la+caract%C3%A9risation+de+composites+bois-plastique

[27] : J.chi-ming fung, Thesis: A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and ThermoplasticThe, University of Saskatchewan Canada, (**2009**).

[28] : Rowell R.M; Han J.S; Rowell J.S. Characterization and Factors Effecting Fiber Properties, Natural Polymers and agrofibers Composites, **2000**, 115- 134.

[29] : Pascal Boustingorry, Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués engypse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, **2002**.

[30] : S, Thiebaud, "Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux", thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agroressources, **1995**.

[31] : Nilson, L" Reinforced Concrete with Sisal and other vegetable fiber.Swedish Council for Building Research", document D14, (**1975**).

[32] : Coutts, R.S.P., Flax fibers as a reinforcement in cement mortar, the international journal of cement composites and lightweight concrete, vol.5 N°4,pp 257-262, (**1983**).

[33] : A.," Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec". Thèse de doctorat d'état, ENP, Alger, (**2005**).

Référence

- [34] : Bledzki, A. K and Gassan. J., " Composites reinforced with cellulose based fibers », elsevier, Progress in polymer science, volume 24, pp.221-274, (1999).
- [35] : Lasaad Ninouh mémoire de master Domaine : Sciences et Techniques, Filière : Génie Mécanique Spécialité : Construction Mécanique , « Caractérisation d'un bio-composite polypropylène/fibres de palmier dattier en flexion trois points » Université Mohamed Khider de Biskra; **2019**.
- [36] : C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno- cellulosique et de mses composés - production de gaz de synthèse'', Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.**2007**.
- [37] : S. Th. Georgopoulos, P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios, Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues, Polymer Degradation and Stability, 90, 303-312, (2005).
- [38] : N.Dujardin, un matériau bio source de choix : les fibres naturelles caractérisation et applications, article, université Paris-Est-Créteil, **2014**.
- [39] : Boynard, C. A. and D'almeida, J. R. M. (2000). "Morphological characterization and mechanical behavior of sponge gourd (*Luffa cylindrica*)-polyester composite materials," Polym-Plas Technol. Eng. 39(3), 489-499.
- [40] : Mazali I.O, L, Morphosynthesis : high fidelity inorganic replica of the fibrous network of loofa sponge (*luffa cylindrica*) .Anais de Acemia Brasileria de ciènicias **2005**,77 (1), 25-31.
- [41] : Seki, Y., Sever, K., Erden, S., Sarikanat, M., Naser, G., and Ozes, C. (2011). "Characterization of *Luffa cylindrica* fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester," J. App. Polym. Sci. 123(4), 2330-2337
- [42] : Katouchka , Fiche Technique LE LUFFA Datasheet.
- [43] : <https://jardinage.ooreka.fr/plante/voir/1070/luffa>.
- [44] : Akchiche O. Messaoud Boureghda K, Esparto Grass (*Stipa Tenacissime L.*), raw material of papermaking. First Part, Chimija rastitel"nogo syr"ja, 4, **2007**, 25-30
- [45] : Guimarães, J. L., Frollini, E., Da Silva, C. G., Wypych, F., Et Satyanarayana, K. G. (2009).Characterization Of Banana, Sugarcane Bagasse And Sponge Gourd Fibers Of Brazil. Industrial Crops And Products 30, 407-415.

Référence

- [46] : Chen, J.-P., Et Lin, T.-C. (2006). High-Density Culture Of Hepatocytes In A Packed-Bed Bioreactor Using A Fibrous Scaffold From Plant. *Biochemical Engineering Journal* 30, 192-198.
- [47] : Ogbonna, J. C., Liu, Y.-C., Liu, Y.-K., Et Tanaka, H. (1994). Loofa (Luffa Cylindrica) Sponge As A Carrier For Microbial Cell Immobilization. *Journal Of Fermentation And Bioengineering* 78, 437-442.
- [48] : Hamid Bousaab Thèse de doctorat de «Bioconversion éco-compatible de triterpénoïdes par des bactéries immobilisées sur Luffa cylindrica».l'université de haute alsace**2011**.
- [49] : Zampieri, A ; Mabande, G, T ,P ; Selvam, T ; Schwieger, W ; Rudolph , A ; Hermann, R ; Siber, H ; Greil, P ,Biotemplating of luffda cylindrica sponges to self-supporting hierchical zeolite macrostructures for bio-inspired structured catalytic reactors . *Materials science and Engineering ; c* **2006**, 26 (1), 130-135.
- [50] : Laidani, Y ; Hanini, S ; Henini, G, In « valorisation de la luffa cylindrica pour les traitement des eaux chargées en cuivre. Etude de la possibilitté de sa régénération par desorption chimique ». , Vème congrèr international sur les Energies renouvelables et l'environnement, Tunisie, Tunisie, novembre, **2010** pp 1-8.
- [51] : Jiang, P-L, chien, M-Y. ; Sheu, M-T ; Huang, Y-Y ; chen, M , -H ; su, C-H . ; Liu, D-Z., Dried fruit of the luffasponge as a source of chitin for Applications as skin substitutes.Hindawi publishing corporation BioMed Research international April **2014**, 1-9
- [52] : Jack Arnott ; luffa sponge gourd. The University of Georgia and Ft. Valley state Université, the U.S. Department of Agriculture and counties of the state ooperating.
- [53] : Luffa Aegyptica- Luffa. Eponge végétale. Société des gens de lettres-juridin l'encyclopédie **2003**.
- [54] : Partap. S. : Kumar, A. : Sharma. N. K. ;jha. K .K. , Luffa cylindrica : Animportant medicinal plant. *Journal product and plant Ressourse* **2012**, V .2(1) ,127-134.
- [55] : <http://www-ipst.u-strasbg.fr/cours/materiaux-composites/comp0.htm>.
- [56] : Carma, Glossaire des matériaux composites, **10/2006**.
- [57] : Charles J.P. CD. Découvrir les composites (Institut de mécanique de Marseille).

Référence

[58] : Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Technique de l'ingénierie. **2005**, pp AM5 130-1-AM5 130-12 et p12.

[59] : Benakli Imène Hamani Fazia ; Mémoire master « Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé Phbv et Fibres Alfa » Université A. Mira–Bejaia Faculté de Technologie Département de Génie des Procédés/**2016**.

[60] : Paul S. A; Boudenne A; Ibos L; Candau Y; Joseph K; et Thomas S. « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials», Compos. Part A: Applied Science and Manufacturing, 39, **2008**, pp. 1582–1588.

[61] : Y.Djebbloun, étude de la rupture en mode i d'ouverture des matériaux composites, thèse, université mohamed khider biskra, **2004**.

[62] : Boynard, C. A. and d'almeida, J. R. M. (**2000**). “Morphological characterization and mechanical behavior of sponge gourd (*Luffa cylindrica*)-polyester composite materials,” Polym-Plas Technol. Eng. 39(3), 489-499.

[63] : Hoareau, W., Trindade, W. G., Seigmund, B., Castellan, A., and Frollini, E. (**2004**). “Sugar cane bagasse and curaua lignins oxidized by chlorine dioxide and reacted with furfuryl alcohol: Characterization and stability,” Polym. Degrad. Stab. 86, 567-576.

[64] : Sudhir Kumar Saw, Raghwendra Purwar, Sourabh Nandy, Joyjeet Ghose, and Gautam Sarkhel. **BioResources**8(4), 4805-4826, **2013**.

[65] : Mwaikambo L.Y; Ansell M.P. Chemical Modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok Fibers by Alkalization, Journal of Applied Polymer Science, **2002**, 84, 2222–2234.

[66] : Pr. Enjalbal, plateforme d'analyse et de caractérisation (p.a.c. balard), enjalbal@univ-montp2.fr.

[67] : Daniel, I. M. and Ishai, O. (**2006**). “Engineering mechanics of composite materials,” Oxford University Press Inc., 2nd ed. New York, USA, p.1-411.

[68] : Demir, H., Atikler, U., Balkose, D., and Tihminlioglu, F. (**2006**). “The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene-luffa fiber composites,” Compos. Part A 37, 447-456.

[69] : Seki, Y., Sever, K., Erden, S., Sarikanat, M., Neser, G., and Ozes, C. (**2011**). “Characterization of *Luffa cylindrica* fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester,” J. App. Polym. Sci. 123(4), 2330-2337.

Référence

- [70] : Sabeel, A. K. and Vijayarangan, S. (2008). “Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites,” J. Mater. Process Tech. 207(1-3), 330-335.
- [71] : Shen, C. H. and Springer, G. (1976). “Moisture absorption and desorption of composite materials,” J. Compos. Mater. 10, 2-20.
- [72] : Roy, S., Xu, W. X., Park, S. J., and Liechti, K. M. (2000). “Anomalous moisture diffusion in viscoelastic polymers: Modeling testing,” J. App. Mech. 67(2), 391-396.
- [73] : Ghali, L., Aloui, M., Zidi, M., Bendaly, H., M'sahli, S., and Sakli, F. (2011). “Effect of chemical modification of Luffa cylindrica fibers on the mechanical and hygrothermal behaviours of polyester/luffa composites,” BioResources 6(4), 3836-3849.
- [74] : Saw, S. K. and Datta, C. (2009). “Thermomechanical properties of jute/bagasse hybrid fibre reinforced epoxy thermoset composites,” BioResources 4(4), 1455-1476.

Référence

Référence :

- [1]: A. Sbiai, matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres, thèse de doctorat, Ecole doctorale Matériaux de Lyon, p77 ,**2011**.
- [2] : A.Sbiai, A. Maazouz, E.Fleury, H.Sautereau, H. Kaddami, tempo-Mediated Oxidation of Lignocellulosic Fibers from Date Palm Leaves: Effect of the Oxidation on the Processing by RTM Process and Properties of Epoxy Based Composites,<http://dx.doi.org/10.5772/47763>,**2012**.
- [3] : H. Kaddami, A.dufresne, B.khelifi, a. Bendahou a, M.taourirte, M.raihane, N.issartel, H. Sautereau, J.F. Gerard, N. Sami, Short palm tree fibers –Thermoset matrices composites, Insa Lyon ,**2006**.
- [4] : Debabi Zahra « effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales utilisées dans un matériau composite » mémoire de master,Université Mohamed Boudiaf -m'sila ,**2019**.
- [5] : S.K. Saw, R.purwar, S. Nandy, J. Ghose, G. Sarkhel, Fabrication, Characterization, and Evaluation of Luffa cylindrica Fiber Reinforced Epoxy Composites, **2013**.
- [6] : Hind el omar, Matériaux lignocellulosiques fonctionnels à partir de plantes vivacesmarocaines et de pates commerciales, thèse de doctorat, Université Cadi Ayyad et de l'Université du Québec à Trois-Rivières, **2016**.
- [7] : F.Belhadj Ahmed, étude de la diffusion d'un matériau composite « résine époxy » mémoire de master, université des sciences et de la technologie d'Oran « Mohamed Boudiaf, **2016**.
- [8] : N.Ardjoum et F.Amri, élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforcée par la fibre de bois issue des déchets de menuiserie, mémoire de master, université A.Mira de Bejaia, **2015**.
- [9] : L.Berreur, B.D.Maillard, et Nösperger.s, « l'industrie française des matériaux composites », ministère de l'économie des finances et de l'industrie, p1-47,**2002**.
- [10] : J.Marie Berthelotlivre« mécanique des matériaux et structures composites » ismans 'institut supérieur des matériaux et mécaniques avancés 'le mans, France. **1999**.

Référence

- [11] :A.Boudenne, « étude expérimentale et théorique des propriétés thermo-physiques de matériau composite à matrice polymère », université parisxii, **2003**.
- [12] : E.JJules, « couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites therm durcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », ecole nationale supérieure d'arts et métiers, **2001**.
- [13] : C.Bastioli.; I.Guanella.; Romano, g. polym. Compos, 11, 1-9, **1990**.
- [14] : H-H.Kausch, Heymans.N, Plumer.C.J, and Decroly.P, « Matériaux polymères : propriétés mécaniques et physique»,**2001**.
- [15] : G-H.Delmas, thèse « structure et application à l'élaboration de résines époxy », délivre par institut national polytechnique de Toulouse, **2011**.
- [16] : A.Raskin , Salomon JP, Sabbagh J. : Les résines composites Classification / Evolution. Réalités Cliniques, accepté à publication ,**2006**.
- [17] : C.barrere, F.D.M., Résine époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés. Revue de l'institut Français du pétrole,52, (3), **1997** .
- [18] : J. bertho « Vieillissement hygrothermique d'un assemblage acier galvanisé adhésif époxy : évolution de la tenue mécanique en fonction de l'état physico-chimique de l'adhésif », thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers **2011**.
- [19] : M lle. M.G.Yaocihuatl étude des phénomènes de solubilisation de pre- polymères de résine époxy dans les esters d'acide e gras comme bio solvants Soutenue le 29 Septembre.
- [20] : C. Barrère et F. Dal maso résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés Institut français du pétrole1 copyright **1997**.
- [21] : S.Gan , J-K.Gillham. R-B.Prime, "A Methodology for Characterizing Reactive Coatings: Time-Temperaturetrans Formation (TTT). Analysis of the Competition Between Cure, Evaporation and Thermal Degradation for an Epoxy-phenolic System", J. Appl. Polym. Sci., Vol. 37, pp. 803-816, **1989**.
- [22] : T.Quach. Etude de la durabilité d'un primaire époxy anti corrosion : rôle de l'interphase polymère/métal et conséquence sur l'adhérence ; Soutenance prévue le 8 Mars **2010**.

Référence

- [23] : J-P.Pascaul, H.Sautereau, J-Verdu. and R-J-J.Willaims, thermostting polymers.New Yourk.**2001**.
- [24] : Z.Debabi et A.Bouguerra; « effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales utilisées dans un matériau composite » université Mohamed Boudiaf -M'sila/**2019**.
- [25] : A.Abdelkebir mémoire fin d'étude en génie mécanique option génie des matériaux : l'effet de la température de mercerisation sur les propriétés du composite (tissus de jute /polyester); **2017/2018**.
- [26] : A. Mahfoudh, «Étude de la production et de la caractérisation de composites boisplastiques», Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université,laval,Québec,101p.[Enligne],disponiblesur:https://www.google.dz/search?q=A.+Mahfoudh&oq=A.+Mahfoudh&aqs=chrome..69i57j69i60.809j0j1&sourceid=chrome&es_sm=93&ie=UTF8#q=%C3%89tude+de+la+production+et+de+la+caract%C3%A9risation+de+composites+bois-plastique, **2013**.
- [27] : J.chi-ming fung, Thesis: A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and ThermoplasticThe, The University of Saskatchewan Canada, **2009**.
- [28] : R-M. Rowell; J-S.Han ; J-S. Rowell. “Characterization and Factors Effecting Fiber Properties, Natural Polymers and agrofibers Composites”, 115- 134, **2000**.
- [29] : P. Boustingorry, Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués engypse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, **2002**.
- [30] : S, Thiebaud, ‘‘Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux’’, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agroressources, **1995**.
- [31] : L. Nilson, " Reinforced Concrete with Sisal and other vegetable fiber.Swedish Council for Building Research", document D14, **1975**.
- [32] : Coutts, R.S.P., Flax fibers as a reinforcement in cement mortar, the international journal of cement composites and lightweight concrete, vol.5 N°4,pp 257- 262, **1983**.

Référence

- [33] : A., " Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec". Thèse de doctorat d'état,ENP, Alger, **2005**.
- [34] : A-K.Bledzki, and J. Gassan," Composites reinforced with cellulose based fibers «, elsevier, Progress in polymer science, volume 24, pp.221-274, **1999**.
- [35] : N. Lasaad, mémoire de master Domaine : Sciences et Techniques, Filière : Génie Mécanique Spécialité : Construction Mécanique , « Caractérisation d'un bio-composite polypropylène/fibres de palmier dattier en flexion trois points » Université Mohamed Khider de Biskra; **2019**.
- [36] : C .Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno- cellulosique et de mses composés - production de gaz de synthèse'', Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.**2007**.
- [37] : : S. Th. Georgopoulos, P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios, Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues,Polymer Degradation and Stability, 90, 303-312, **2005**.
- [38] : N.Dujardin, un matériau bio source de choix : les fibres naturelles caractérisation etapplications, article, université Paris-Est-Créteil, **2014**.
- [39] : Boynard, C. A. and D'almeida, J. R. M. "Morphological characterization and mechanical behavior of sponge gourd (Luffa cylindrica)-polyester composite materials," Polym-Plas Technol. Eng. 39(3), 489-499, **2000**.
- [40] : I-O-L. Mazali , Morphosynthesis : high fidelity inorganic replica of the fibrous network of loofa sponge (luffa cylindrica) .Anais de Acemia Brasileria de ciènicias,77 (1), 25-31, **2005**.
- [41] : Y.Seki, K.Sever, S.Erden, M.Sarikanat, G.Neser, and C.Ozes. "Characterization of Luffa cylindrica fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester," J. App. Polym. Sci. 123(4), 2330-2337, **2011**.
- [42] : Katouchka , Fiche Technique LE LUFFA Datasheet.
- [43] : <https://jardinage.ooreka.fr/plante/voir/1070/luffa>.

Référence

- [44] : O. Akchiche ,K. Messaoud Boureghda , Esparto Grass (*Stipa Tenacissime L.*), raw material of papermaking. First Part, *Chimija rastitel'`nogo syr'`ja*, 4, 25-30, **2007**.
- [45] : J-L.Guimarães , E.Frollini, C-G. Da Silva,F. Wypych, Et K-G.Satyanarayana. Characterization Of Banana, Sugarcane Bagasse And Sponge Gourd Fibers Of Brazil. *Industrial Crops And Products* 30, 407-415, **2009**.
- [46] : J-P. Chen, et T-C.Lin. High-Density Culture Of Hepatocytes In A Packed- Bed Bioreactor Using A Fibrous Scaffold From Plant. *Biochemical Engineering Journal* 30, 192-198. **2006**.
- [47] : J-C.Ogbonna, Y-C. Liu,Y-K. Liu, Et Tanaka, H. Loofa (*Luffa Cylindrica*) Sponge As A Carrier For Microbial Cell Immobilization. *Journal Of Fermentation And Bioengineering* 78, 437-442. **1994**.
- [48] : H.Bousaab Thèse de doctorat de «Bioconversion éco-compatible de triterpénoïdes par des bactéries immobilisées sur *Luffa cylindrica*».l'université de haute alsace**2011**.
- [49] : A. Zampieri ; G-T-P.Mabande ; T. Selvam ; W. Schwieger; A.Rudolph ; R.Hermann ; H.Siber ;P. Greil ,Biotemplating of luffda cylindrica sponges to self-supporting hierchical zeolite macrostructures for bio-inspired structured catalytic reactors . *Materials sience and Engineering* ; 26 (1), 130-135, **2006**.
- [50] : Y.Laidani ; S.Hanini, ; G.Henini, In « valorisation de la luffa cylindrica pour les traitement des eaux chargées en cuivre. Etude de la possibilitté de sa régénération par desorption chimique ». , Vème congrèr international sur les Energies renouvelables et l'environnement, Tunisie, Tunisie, novembre, pp 1-8, **2010**.
- [51] : P-L .Jiang, M-Y. chien,; M-T .Sheu,; Y-Y .Huang,; M-H .chen ; C-H. su,. ; D-Z.Liu, Dried fruit of the luffasponge as a source of chitin for Applications as skin substitutes.Hindawi publishing corporation BioMed Research international April, 1-9, **2014**.
- [52] : J.Arnott ; luffa sponge gourd. The University of Georgia and Ft. Valley state Université, the U.S. Department of Agriculture and counties of the state ooperating.
- [53] : *Luffa Aegyptica- Luffa*. Eponge végétale. Société des gens de lettres-jardin l'encyclopédie **2003**.

Référence

- [54] : S.Partap : A.Kumar : N.K.Sharma : K.K.jha. , *Luffa cylindrica* : Animportant medicinal plant. *Journal product and plant Ressource*, V .2(1) ,127-134. **2012**.
- [55] : <http://www-ipst.u-strasbg.fr/cours/materiaux-composites/comp0.htm>.
- [56] : Carma, *Glossaire des matériaux composites*, **10/2006**.
- [57] : Charles J.P. CD. *Découvrir les composites* (Institut de mécanique de Marseille).
- [58] : C.Baley . *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*, *Technique de l'ingénieur*. pp AM5 130-1-AM5 130-12 et p12. **2005**.
- [59] : I. Benakli F.Hamani ; Mémoire master « Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé Phbv et Fibres Alfa » Université A. Mira–Bejaia Faculté de Technologie Département de Génie des Procédés/**2016**.
- [60] : S.A.Paul ; A.Boudenne ; L.Ibos ;Y. Candau ; K.Joseph ; et S. Thomas « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials», *Compos. Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39, , pp. 1582–1588. **2008**.
- [61] : Y.Djebbloun, étude de la rupture en mode i d'ouverture des matériaux composites,thèse, université mohamed khider biskra, **2004**.
- [62] : C.A.Boynard, and J.R.M.d'almeida, “Morphological characterization and mechanical behavior of sponge gourd (*Luffa cylindrica*)-polyester composite materials,” *Polym-Plas Technol. Eng.* 39(3), 489-499. **2000**.
- [63] : W.Hoareau, W-G Trindade, B. Seigmund, A.Castellan, and E.Frollini. “Sugar cane bagasse and curaua lignins oxidized by chlorine dioxide and reacted with furfuryl alcohol: Characterization and stability,” *Polym. Degrad. Stab.* 86, 567-576. **2004**.
- [64] : K-S.Sudhir, RaghwendraPurwar, Sourabh Nandy,Joyjeet Ghose, and Gautam Sarkhel.*BioResources*8(4), 4805-4826, **2013**.
- [65] : L-Y.Mwaikambo; M-P. Ansell. *Chemical Modification ofHemp, Sisal, Jute, and Kapok Fibers by Alkalization*, *Journal of Applied Polymer Science*, 84, 2222–2234, **2002**.
- [66] : Pr. Enjalbal, plateforme d'analyse et de caractérisation (p.a.c. balard), enjalbal@univ-montp2.fr.

Référence

- [67] : I-M.Daniel, and O. Ishai. "Engineering mechanics of composite materials," Oxford University Press Inc., 2nd ed. New York, USA, p.1-411. **2006.**
- [68] : H.Demir, U.Atikler, D.Balkose, and F.Tihminlioglu. "The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene-luffa fiber composites," *Compos. Part A* 37, 447-456. **2006.**
- [69] : Y.Seki, K.Sever, S.Erden, M.Sarikanat, G.Neser, and C.Ozes, "Characterization of Luffa cylindrica fibers and the effect of water aging on the mechanical properties of its composite with polyester," *J. App. Polym. Sci.* 123(4), 2330-2337.
- [70] : A-K.Sabeel, . and S.Vijayarangan. "Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites," *J. Mater. Process Tech.* 207(1-3), 330-335. **2008.**
- [71] : C-H. Shen, and G.Springer. "Moisture absorption and desorption of composite materials," *J. Compos. Mater.* 10, 2-20. **1976.**
- [72] : S.Roy, w-x. Xu, , S-J. Park, and k-m. Liechti. "Anomalous moisture diffusion in viscoelastic polymers: Modeling testing," *J. App. Mech.* 67(2), 391-396. **2000.**
- [73] : L.Ghali, M.Aloui,M. Zidi, H.Bendaly, S.M'sahli, and F.Sakli. "Effect of chemical modification of Luffa cylindrica fibers on the mechanical and hygrothermal behaviours of polyester/luffa composites," *BioResources* 6(4), 3836-3849. **2011.**
- [74] : S-K.Saw, and C.Datta. "Thermomechanical properties of jute/bagasse hybrid fibre reinforced epoxy thermoset composites," *BioResources* 4(4), 1455-1476.**2009.**

Résumé

Résumé

L'objectif de l'étude est l'exploitation des fibres naturelles abondantes parce qu'elles possèdent des propriétés physiques et mécaniques importantes, et nous avons décrit le travail étudié par Saw et al 2013 discutant l'effet du traitement chimique sur les fibres et leurs propriétés par plusieurs méthodes : Le traitement par NaOH et traitement d'oxydation tous cela pour développer et de caractériser un nouveau matériau composite à base d'époxy renforcé par les fibres de luffa et ces différents traitements.

L'efficacité des traitements chimiques a été vérifiée par analyse élémentaire et spectroscopie FTIR. La calorimétrie différentielle à balayage, l'analyse thermogravimétrique, la microscopie électronique à balayage, l'absorption d'eau et des tests mécaniques ont été effectués pour déterminer les propriétés thermiques, mécaniques et morphologiques des composites époxy renforcés de fibres de luffa non traités et traités chimiquement.

Mots Clés: Composites, luffa, époxy, propriétés mécanique, propriétés thermique, absorption d'eau.

Abstract

The objective of the study is the exploitation of abundant natural fibers because they possess important physical and mechanical properties, and we have described the work studied by Saw et al 2013 discussing the effect of chemical treatment on the fibers and their properties by several methods: NaOH treatment and oxidation treatment all this to develop and characterize a new composite material based on epoxy reinforced with loofah fibers and these various treatments.

The effectiveness of the chemical treatments was verified by elemental analysis and FTIR spectroscopy. Differential scanning calorimetry, thermogravimetric analysis, scanning electron microscopy, water absorption and mechanical tests were performed to determine the thermal, mechanical and morphological properties of untreated and chemically treated loofah fiber-reinforced epoxy composites.

Keywords: Composites, loofah, epoxy, mechanical properties, thermal properties, water absorption.