

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
En collaboration avec le
Centre de Recherche en Technologies Industrielles (Chéraga)
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Caractérisation et modélisation numérique
d'un composite époxy/Alfa.**

Réalisé par : MOUHOUB Asma

Et TAÏBI Yanis

Sous la direction de Mr. REZZOUG Amine MRB (CRTI)

Et Mr. KASSER Abdelmadjid MCA (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/09/2020)

Composition du jury :

Président	Mr. M. LARIBI	Professeur	ENP
Promoteurs	Mr A. REZZOUG	MRB	CRTI
	Mr A. KASSER	MCA	ENP
Examineurs	Mr. M.E. DJEGHLAL	Professeur	ENP
	Mr. M. CHITROUB	Professeur	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
En collaboration avec le
Centre de Recherche en Technologies Industrielles (Chéraga)
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Caractérisation et modélisation numérique
d'un composite époxy/Alfa.**

Réalisé par : MOUHOUB Asma

Et TAÏBI Yanis

Sous la direction de Mr. REZZOUG Amine MRB (CRTI)

Et Mr. KASSER Abdelmadjid MCA (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/09/2020)

Composition du jury :

Président	Mr. M. LARIBI	Professeur	ENP
Promoteurs	Mr A. REZZOUG	MRB	CRTI
	Mr A. KASSER	MCA	ENP
Examineurs	Mr. M.E. DJEGHLAL	Professeur	ENP
	Mr. M. CHITROUB	Professeur	ENP

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes chers parents pour leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de ma vie ;

A mes chères grands-mères ;

A mes aimables sœurs Lyna et Hadjer

Je vous souhaite une vie pleine de joie, de bonheur et de réussite dans vos études et votre vie ;

A mon cousin Billal qui ne cesse jamais de m'encourager ;

A toutes ma famille ;

A mes amis Yanis, Islam, Houda, Asma, Souhila, Salima;

Aux personnes qui m'ont encouragé, soutenu et accompagné tout au long de mon chemin.

Asma

Dédicace

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

- ✍ A mon cher père qui nous a quitté trop tôt et à ma chère mère qui m'a toujours soutenu dans mes décisions financièrement et moralement. J'espère avoir été à la hauteur de l'éducation qu'ils m'ont inculqué.
- ✍ Mes chers frères **Abdellah**, **Samir** et **Amine** avec qui j'ai formé une fratrie joyeuse et bien agitée.
- ✍ A la femme avec qui je veux partager ma vie, **Yasmine**, qui est toujours à mes côtés pour me soutenir et me booster dans les moments difficiles et qui m'a été d'une aide précieuse dans ce travail.
- ✍ Mes amis et frères, **Toufik** et **Islam** ainsi que mes frère d'armes, **Moussa**, **Waliid** et **Mounir**, membres du groupe **C19**, avec qui ma vie estudiantine et principalement en résidence a été une magnifique aventure.
- ✍ Tous mes amis chacun en son nom.
- ✍ Toute personne qui a contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.
- ✍ Finalement, à ma binôme **Asma** pour ce travail qui a été mené avec sérieux et dans une très bonne entente.

Yanis

Remerciements

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

Les travaux de recherche de ce mémoire ont été menés au niveau du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de Chéraga que nous remercions pour nous avoir donné la chance de mettre un pied dans le monde de la recherche ainsi que de compléter notre formation d'ingénieur.

Nous exprimons notre gratitude et notre reconnaissance à nos promoteurs, MRB. Amine REZZOUG et MCA. Abdelmadjid KASSER, pour leur patience, leur encadrement, leurs qualités organisationnelles et de planification, qui nous ont permis de mener à bien ce projet de fin d'étude.

Nous adressons aussi nos remerciements à toutes personnes qui nous ont aidées au niveau de ce centre et plus spécialement à Mr. Rafik HALIMI.

Nous remercions aussi les doctorants Hichem ZERGANE et Selsabil Rokia LARABA d'avoir donné de leur temps pour examiner et émettre une critique positive sur notre travail.

Nous sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : Pr. M. CHITROUB, Pr. M.L. DJEGHLAL et Pr. M. LARIBI, de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de mémoire de fin d'études.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à nos familles pour leur soutien et leurs encouragements dans la poursuite et la réalisation ce travail.

ملخص

اكتسبت مركبات الألياف الطبيعية اهتمامًا كبيرًا على المستوى الصناعي. يرتبط هذا النجاح الذي لا يمكن إنكاره بالخصائص الجوهرية لتعزيزات الألياف الطبيعية وطابعها البيئي. تتمثل دراستنا في توصيف الخواص الميكانيكية في الشد والانحناء والموجات فوق الصوتية بالإضافة إلى التوصيف المورفولوجي بواسطة المجاهر الإلكترونية الضوئية والمسح الضوئي من أجل تقييم قدرتها على استبدال مركبات الألياف الاصطناعية. تتكون المادة المراد تمييزها من مصفوفة إيبوكسي مقواة بنسبة 20٪ من ألياف ألفا قصيرة.

سمحت لنا النمذجة العددية باستخدام طريقة العناصر المحدودة بالتنبؤ بمعامل Young لمركباتنا التي تحتوي على ألياف طبيعية معززة عشوائيًا. تم استخدام برنامج النمذجة ANSYS لتوليد الحجم الأولي التمثيلي ثلاثي الأبعاد ولحساب معامل Young للمركب.

النتائج التجريبية المسجلة قريبة من تلك التي تم الحصول عليها خلال النمذجة العددية. وبالتالي يظل هذا الأخير هو الهدف الذي يجب الوصول إليه.

الكلمات الدالة: ألياف طبيعية، ألياف ألفا، مركبات معززة بألياف طبيعية، توصيف ميكانيكي، نمذجة رقمية، بيئة.

Abstract

Nowadays, natural fiber composites are increasingly getting great interest on an industrial scale. This undeniable success is linked to the intrinsic properties of natural fibers reinforcements and to their ecological character. Our study consists in characterizing the mechanical properties in tensile, bending and ultrasonic as well as morphological characterization by optical and scanning electron microscopy in order to evaluate their aptitude to replace synthetic fiber composites. The material to be characterized is composed of an epoxy matrix reinforced with 20% in weight Alfa short fibers.

Numerical modeling using the finite element method allowed us to predict the Young's modulus of our randomly reinforced biocomposites. The ANSYS modeling software was used to generate the 3D representative elementary volume and to calculate the Young's modulus of the composite.

The experimental results recorded are close to those obtained by numerical modeling. The latter remains therefore the goal to reach.

Keywords: natural fibers, Alfa fibers, biocomposites, mechanical characterization, numerical modeling, ecology.

Résumé

Les composites à base de fibres naturelles ont acquis un grand intérêt à l'échelle industrielle. Ce succès incontestable est lié aux propriétés intrinsèques des renforts naturels et à leur caractère écologique. Notre étude consiste à caractériser les propriétés mécaniques en traction, flexion et par ultrasons ainsi que la caractérisation morphologique par microscopie optique et électronique afin d'évaluer leur aptitude à remplacer les composites à fibres synthétiques. Le matériau à caractériser est constitué d'une matrice époxyde renforcée par des fibres courtes d'Alfa à 20 % en masse.

La modélisation numérique par la méthode des éléments finis nous a permis de prédire les modules de Young du bio composite aléatoirement renforcés. Le logiciel de modélisation ANSYS a été utilisé pour générer le volume élémentaire représentatif en 3D et pour calculer les modules de Young du composite.

Les résultats expérimentaux enregistrés se rapprochent de ceux obtenus lors de la modélisation numérique. Cette dernière reste donc la référence à atteindre.

Mots clés : fibres naturelles, fibres Alfa, biocomposites, caractérisation mécanique, modélisation numérique, écologie.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale.....	16
I. Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles.....	19
I.1 Généralités sur les matériaux composites.....	19
I.1.1 Introduction	19
I.1.2 Définition	19
I.1.3 Classification des composites.....	19
I.1.4 Constitution des matériaux composites.....	21
I.1.5 Composites à fibres synthétiques	24
I.1.6 Composites à fibres naturelles.....	25
I.2 Les fibres naturelles.....	27
I.2.1 Classification des fibres naturelles	28
I.2.2 Composition des fibres naturelles	29
I.2.3 Morphologie des fibres naturelles	31
I.2.4 Structure de la fibre naturelle	32
I.2.5 Caractéristiques et propriétés des fibres naturelles	33
I.2.6 Avantages et inconvénients	35
I.2.7 Application des fibres naturelles	36
I.2.8 Le potentiel des fibres naturelles en Algérie.....	38
I.3 Traitement des fibres	42
I.3.1 Traitements physiques.....	42
I.3.2 Traitements chimiques	43
I.4 Procédés de mise en œuvre des matériaux composites	45
I.4.1 Moulage au contact	45

I.4.2	Moulage sous vide.....	45
I.4.3	Moulage par pultrusion	46
I.4.4	Moulage par injection.....	46
I.4.5	Moulage par injection de résine RTM.....	47
I.4.6	Moulage par infusion	47
I.4.7	Moulage par centrifugation	48
II.	Chapitre 2 : Etat de l'art	50
II.1	Historique	50
II.2	Incorporation des fibres Alfa dans les matériaux composites	50
II.3	Incorporation des fibres Doum dans les matériaux composites	54
II.4	Incorporation des fibres de Diss dans les matériaux composites	59
II.5	Conclusion.....	61
III.	Chapitre 3 : Partie expérimentale	63
III.1	Introduction.....	63
III.2	Matériaux utilisés.....	63
III.2.1	La matrice.....	63
III.2.2	Les fibres Alfa.....	64
III.3	Préparation des fibres et traitements chimiques.....	65
III.4	Conception et réalisation du moule.....	66
III.5	Mise en œuvre des plaques composites à fibres naturelles.....	66
III.6	Découpage et préparation des échantillons.....	68
III.7	Caractérisation mécanique	69
III.7.1	Essai de traction	69
III.7.2	Essai de flexion	71
III.7.3	Caractérisation mécanique par ultrasons.....	72
III.8	Caractérisation microstructural	75
III.8.1	Le microscope électronique à balayage (MEB)	75

III.8.2	Microscopie Optique (MO)	76
III.8.3	Analyse d'image	77
IV.	Chapitre 4 : Résultats et discussions	79
IV.1	Introduction	79
IV.2	Analyse des éprouvettes par ImageJ	79
IV.2.1	Calcul du taux des fibres	79
IV.2.2	Calcul du taux de porosité	80
IV.3	Caractérisation mécanique	80
IV.3.1	Essai de traction	80
IV.3.2	Essai de flexion	83
IV.3.3	Caractérisation par ultrasons	85
IV.4	Observations au microscope optique	86
IV.4.1	Observation des éprouvettes	86
IV.4.2	Observation des faciès de rupture en flexion	86
IV.5	Observations au MEB	87
IV.5.1	Observation des fibres Alfa	87
IV.5.2	Observation des faciès de rupture en flexion	88
V.	Chapitre 5 : Modélisation numérique	90
V.1	Introduction	90
V.2	Présentation ANSYS	90
V.3	Modélisation du composite époxy/Alfa	91
V.4	Résultats et discussions de la modélisation numérique	95
	Conclusion générale	98
	Références bibliographiques	100

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Tableau comparatif entre les TP et les TD.....	23
Tableau I-2 : Avantages et inconvénients des composites à fibre naturelles.	26
Tableau I-3 : Composition des fibres naturelles.	30
Tableau I-4 : Caractéristiques mécaniques des fibres naturelles.	34
Tableau I-5 : Caractéristiques mécaniques des fibres synthétiques.....	34
Tableau II-1 : Propriétés de traction des fibres de Doum.....	59
Tableau III-1 : les propriétés de la résine époxy utilisée.....	63
Tableau IV-1 : Le taux des fibres Alfa.	79
Tableau IV-2 : Le taux de porosité dans le composite.	80
Tableau IV-3 : Propriétés mécaniques du composite en traction.	82
Tableau IV-4 : Propriétés mécaniques du composite en flexion.	84
Tableau IV-5 : Résultats de la caractérisation par ultrasons.....	85

Liste des figures

Figure I-1: Classification des matrices.	20
Figure I-2 : Matériaux composites, (a) composite à matrice métallique, (b) composite à matrice céramique, et (c) composite à matrice polymérique.....	21
Figure I-3 : Organigramme représentant les constituants du matériau composite et leurs propriétés.	24
Figure I-4 : Utilisation des fibres naturelles.	25
Figure I-5 : Fibres naturelles (a) sisal; (b) chanvre; (c) lin; (d) kénaf.	28
Figure I-6 : Structure des fibres naturelles.....	32
Figure I-7 : Représentation schématique des régions cristallines et amorphes de la cellulose fibrillaire.....	33
Figure I-8 : Applications des CFN : (a) Automobile, (b) Cyclisme, (c) Casque de protection, (d) Instruments de musique, (e) Chaise, (f) Planche de surf.	38
Figure I-9 : Carte de la distribution des plantes, source de fibre naturelles en Algérie.....	39
Figure I-10 : Exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles). .	39
Figure I-11 : Les fibres Alfa, (a) Plante, (b) La touffe, (c) Application traditionnelle.....	40
Figure I-12 : Les fibres Diss, (a) Plante, (b) La touffe, (c) Application traditionnelle.....	41
Figure I-13 : Les fibres Doum, (a) Plante, (b) La tige, (c) Application traditionnelle.....	42
Figure I-14 : Procédé de moulage au contact.....	45
Figure I-15 : Procédé de moulage par injection.....	46
Figure I-16 : Procédé RTM.....	47
Figure I-17 : Procédé de moulage par infusion.....	48
Figure II-1 : Coupes transversales d'une fibre Alfa : (a) niveau le plus bas, (b) niveau médian et (c) niveau supérieur.	51
Figure II-2 : Courbes de sorption d'eau pour les fibres traitées et non traitées à 25°C.....	53
Figure II-3 : L'effet de l'incorporation des fibres en poudres dans le mortier de placage sur la résistance à la flexion.	55
Figure II-4 : L'effet de l'incorporation d'un mélange de fibres dans le mortier de placage sur la résistance à la flexion.	55
Figure II-5 : L'effet de l'incorporation des fibres longue dans le mortier de placage sur la résistance à la flexion.	55
Figure II-6 : Effet du module élastique et la contrainte maximale sur le pourcentage en poids de renforts.....	56
Figure II-7 : Prix et poids par mètre de longueur des matériaux de tuyauterie.	57

Figure II-8 : Module de Young et module de flexion d'un composite PEBD/Doum traité de 0-30 %m.	58
Figure II-9 : Taux d'absorption en eau des fibres de Diss.....	60
Figure III-1 : Résine (EPOCAST 50-A1) et durcisseur (HARDENER 946).....	64
Figure III-2 : Préparation des fibres, (a) Découpage des tiges (~ 300 mm), (b) Broyage.....	64
Figure III-3 : Organigramme du traitement des fibres.	65
Figure III-4 : Moule d'élaboration.....	66
Figure III-5 : Schéma du dispositif RTM.	67
Figure III-6 : (a) Scie automatique AbrasiMatic 300, (b) Eprouvettes de flexion, (c) Eprouvettes de traction.....	68
Figure III-7 : Machine de traction MTS.	70
Figure III-8 : Dimension de l'éprouvette de traction.	70
Figure III-9 : Mise en place des éprouvettes pour l'essai de flexion 3 points.....	71
Figure III-10 : Dimension de l'éprouvette de flexion.	72
Figure III-11 : Schéma du CND par ultrasons.....	73
Figure III-12 : Mesure des propriétés mécaniques par ultrasons : (a) Equipement, (b) Mesure par immersion (c) et par contact.....	74
Figure III-13 : (a) Microscope MEB de type ZEISS Sigma 300 et (b) interaction électron matière.....	76
Figure III-14 : Microscopes optiques : (a) Nikon ECLIPSE LV100ND , (b) Nikon SMZ745	76
Figure III-15 : Interface du logiciel ImageJ.	77
Figure IV-1 : Calcul du taux des fibres. (a) avant traitement, (b) seuillage, (c) après traitement.	79
Figure IV-2 : Calcul de la porosité. (a) avant traitement, (b) seuillage, (c) après traitement.	80
Figure IV-3 : Eprouvettes de traction avant et après rupture.....	81
Figure IV-4 : Courbes des essais de traction.....	81
Figure IV-5 : Eprouvettes de flexion avant et après rupture.....	83
Figure IV-6 : Courbes des essais de flexion.	84
Figure IV-7 : Eprouvette de flexion au MO.....	86
Figure IV-8 : Faciès de rupture en flexion.....	86
Figure IV-9 : Observations au MEB des fibres Alfa (a) grandissement 250x (b) grandissement 1000x.....	87
Figure IV-10 : Observations au MEB des faciès de rupture en flexion.....	88

Figure V-1 : Workbench ANSYS.	91
Figure V-2 : Insertion des caractéristiques mécaniques de l'époxy.	92
Figure V-3 : Insertion des caractéristiques mécaniques de la fibre Alfa.	92
Figure V-4 : Material Designer, disposition des fibres.	93
Figure V-5 : Material Designer, constituants du composite.	93
Figure V-6 : Material Designer, géométrie des fibres.....	93
Figure V-7 : Material Designer, maillage.	94
Figure V-8 : Material Designer, paramètres de modélisation.	94
Figure V-9 : Composite époxy/Alfa modélisé.	94
Figure V-10 : Caractéristiques mécaniques du composite époxy/Alfa modélisé.....	95

Liste des abréviations

Acronyme	Signification
BCM	Bulk molding compound
CFN	Composite à fibre naturelles
CMP	Composites à matrice polymérique
CRFN	Composites renforcés de fibre naturelles
DRX	Diffraction des rayons X
FN	Fibres naturelles
FRX	Fluorescence des rayons X
MEB	Microscope électronique à balayage
MEF	Méthode des éléments finis
MO	Microscope optique
NCC	Nano cristaux de cellulose
PEBD	Polyéthylène à basse densité
RTM	Resin transfer molding
TD	Thermodurcissables
TP	Thermoplastique

Introduction générale

Introduction générale

Depuis les années 1990, les composites à fibres naturelles apparaissent comme des alternatives réalistes aux composites renforcés par des fibres de verre dans de nombreuses applications. Les composites à fibres naturelles tels que l'époxy-fibres de chanvre, le polypropylène-fibres de lin (PP) et le PP-fibres de roseau sont particulièrement intéressants pour les applications automobiles en raison de leur coût et de leur faible densité [1].

Les fibres naturelles ont traditionnellement été utilisées pour remblayer et renforcer les thermodurcissables et les thermoplastiques, en particulier les composites de polypropylène qui ont attiré une plus grande attention en raison de leur avantage supplémentaire de recyclabilité. Les composites à base de fibres naturelles offrent également des avantages environnementaux tels que la réduction de la dépendance vis-à-vis des sources d'énergie et des matériaux non renouvelables, la diminution des émissions polluantes, la réduction des émissions de gaz à effet de serre ainsi que la biodégradabilité des composants en fin de vie [1].

Dans le contexte géopolitique actuel de l'Algérie, des alternatives à la dépendance pétrolière que vit le pays depuis des décennies maintenant sont nécessaires. Les polymères thermoplastiques et thermodurcissables étant des produits pétroliers, rentrent parfaitement dans ce cadre. Bien que la part de ces derniers dans l'industrie pétrolière reste moindre, leur substitution ne serait-ce que par 20% en fibres naturelles représenterait une petite victoire au nom de l'écologie.

Un second point à souligner sur l'Algérie est son industrie relativement moyenne, particulièrement en région rurale où elle s'avère quasi inexistante. Les informations les plus récentes estiment que l'Alfa couvre une surface d'environ 3 million d'hectares en Algérie [2]. Cette ressource étant abondante, renouvelable et ne nécessitant aucun entretien particulier ou onéreux, peut générer des microentreprises (qui pourront s'étendre) ayant pour activités l'extraction des fibres, l'élaboration de produits artisanaux et même l'élaboration de produits composites du quotidien.

Dans le cadre de ce travail, nous allons travailler sur un matériau composite à base d'époxy renforcé à 20% par des fibres d'alfa. Les éprouvettes que nous allons tirer de ce composite vont subir une série de caractérisation. Tout d'abord, nous allons observer le composite au microscope optique (MO). Puis, il sera sujet à des tests de caractérisation mécanique destructifs (essais de traction et de flexion) et non destructifs (par ultrasons). Par la suite, les faciès de ruptures vont être observés aux microscopes optique et électronique à balayage (MEB). Enfin,

une modélisation numérique à l'aide du logiciel ANSYS va être conduite afin de modéliser le matériau composite et d'en tirer ses propriétés mécaniques.

Notre mémoire sera articulé en 5 parties :

- La première sera une étude bibliographique portée sur les matériaux composites de manière générale, puis se spécifiera sur les matrices polymériques et leur renforcement par des fibres naturelles ; les procédés de mise en œuvre seront aussi traités.
- La deuxième partie sera un état de l'art qui détaille les études, résultats et connaissances qui ont été faits dans le cadre de notre thème.
- La troisième partie sera consacrée à la partie expérimentale et montrera le travail de préparation des échantillons ainsi que tout le matériel utilisé notamment pour les différentes caractérisations qui seront effectuées.
- Dans la quatrième partie, nous allons traiter les résultats de nos travaux expérimentaux puis les analyser et les discuter.
- La dernière partie portera sur la description et l'utilisation du logiciel de modélisation numérique ANSYS qui nous permettra de modéliser le composite.

En dernier lieu, nous allons analyser les différents résultats que nous avons obtenus tout au long de ce travail et les comparer aux résultats obtenus lors d'études antérieures. Finalement, il sera question de confronter les résultats expérimentaux aux résultats numériques et d'en tirer justement des différences entre les deux.

Chapitre I :

Composites à fibres naturelles

I.1 Généralités sur les matériaux composites

I.1.1 Introduction

Il existe différentes familles de matériaux : les métaux, les polymères, les céramiques ainsi que les composites. En effet, les matériaux composites ne sont pas une nouveauté, ils ont été découverts par l'homme depuis longtemps mais leur utilisation connaît un essor rapide. Unissant légèreté et résistance mécanique exceptionnelle, ces matériaux permettent en effet des applications toujours plus nombreuses dans des industries aussi importantes que l'aéronautique, la construction, le génie civil, l'équipement sportif ou le biomédical.

Les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit les moins coûteux possibles, soit les plus performants, ou bien les deux à la fois. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique. Pour réduire les fibres traditionnelles de coût élevé (carbone, verre et aramide), de nouveaux composés ont été développés. Des recherches ont porté leur attention sur les composites renforcés par les fibres naturelles. Ces composites combinent de bonnes propriétés mécaniques avec une faible densité. De tels composés offrent un certain nombre d'avantages bien connus qui incluent le coût, la disponibilité des ressources naturelles renouvelables, la biodégradabilité, etc... [3].

I.1.2 Définition

Un composite est une combinaison de deux ou plusieurs matériaux non miscibles et de nature différente, mais ayant une forte capacité d'adaptation en un unique matériau, celui-ci est constitué d'un renfort qui est noyé dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible, pour obtenir une meilleure performance que les matériaux constitutifs séparément. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Tandis que le renfort assure la résistance mécanique [4].

I.1.3 Classification des composites

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à :

- Matrice organique.
- Matrice métallique.
- Matrice céramique.

I.1.3.1 Composite à matrice organique

Les matrices organiques sont de loin les matrices les plus présentes à l'échelle industrielle du fait de leur facilité de mise en œuvre ainsi que leur faible coût de production. Elles ont aussi un faible module et une faible résistance à la traction, mais se prêtent facilement à l'imprégnation des renforts. Les matériaux composites à matrice polymériques ont un fort potentiel dans la conception des pièces mécaniquement performantes et présentant des formes relativement complexes [5].

I.1.3.2 Composites à matrices métalliques et céramiques

Ces composites sont certainement une des classes de nouveaux matériaux qui se développe le plus. Elles sont utilisées respectivement pour les applications hautes (<500°C) et très hautes températures (<1000°C). Ce type de matrice ne peut être associé qu'à des fibres de carbure de silicium (SiC) ou des fibres de carbone. Leurs propriétés étant attirantes, elles sont donc utilisées pour la fabrication des pièces dont le module d'élasticité, résistances mécaniques et tenue en température se doivent d'être élevées [6].

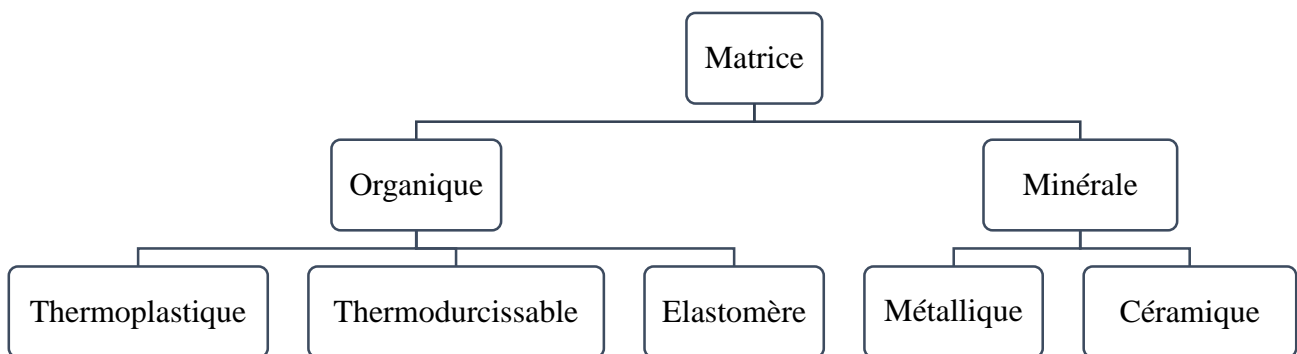


Figure I-1: Classification des matrices.

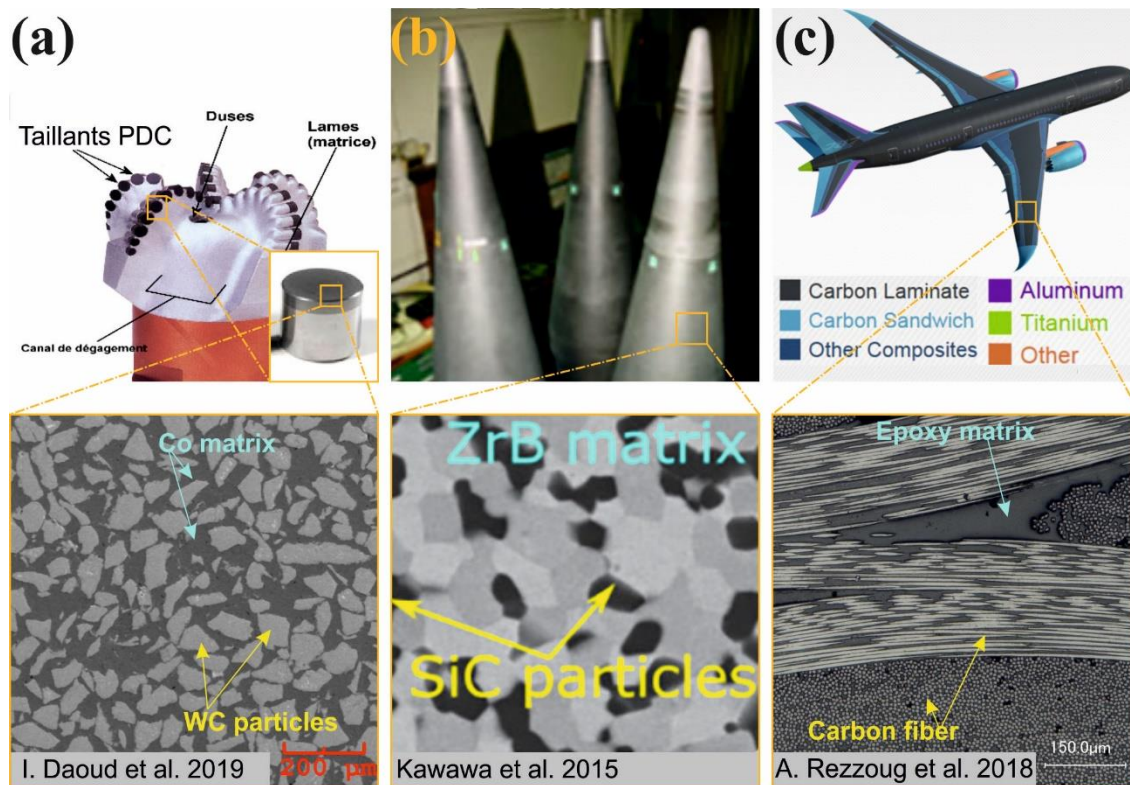


Figure I-2 : Matériaux composites, (a) composite à matrice métallique, (b) composite à matrice céramique, et (c) composite à matrice polymérique.

I.1.4 Constitution des matériaux composites

I.1.4.1 La matrice

La matrice est utilisée dans les composites pour maintenir les matériaux de renforcement ensemble par connexion de surface. Les principaux rôles de la matrice sont la protection contre tout environnement extérieur agressif (corrosion, oxydation, vieillissement humide...), l'aspect de la surface et la durabilité du composite. Lorsque la matrice est sollicitée, elle transfère la charge externe uniformément au renfort, et elle est appliquée pour résister à la propagation des fissures et des dommages. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère thermodurcissable [7].

Trois catégories de ces matières plastiques peuvent cependant être distinguées :

- Les polymères thermoplastiques (semi-cristallins ou amorphes),
- Les polymères thermodurcissables (amorphes),
- Les élastomères (amorphes).

Actuellement, les matrices les plus couramment utilisées pour élaborer les composites à fibre naturelle (CFN) sont les polymères car ils sont légers et peuvent être traités à basse température.

- **La résine thermoplastique**

Les résines thermoplastiques (TP) ont des propriétés mécaniques faibles, leur structure se présente sous forme de chaînes linéaires polymériques qui peuvent être facilement mises en forme à l'état visqueux et solidifiées par refroidissement (changement physique).

À l'état fondu, la viscosité des résines thermoplastiques est d'environ 500 à 1000 fois plus élevée que celui des résines thermodurcissables non durcies. Elles sont solides à température ambiante et peuvent être reformées et remodelées lorsqu'elles sont chauffées sans réaction chimique [7].

- **La résine thermodurcissable**

Les résines thermodurcissables sont des matériaux infusibles et insolubles qui sont durcis par la chaleur ou un catalyseur. Les thermodurcissables sont complètement différents des thermoplastiques ; ils ne peuvent pas être fondus et remodelés par la chaleur. Grâce aux liaisons covalentes tridimensionnelles entre les chaînes de polymères (changement chimique), ce type de résine a un module plus élevé, une meilleure résistance au fluage, une plus grande stabilité thermique et une plus grande résistance chimique que les résines thermoplastiques. Elles sont également fragiles à température ambiante et présentent une faible ténacité à la rupture [7].

- **Principales différences entre matrices TP et TD**

On utilise actuellement surtout des résines thermodurcissables (TD) que l'on associe à des fibres longues, mais l'emploi de polymères thermoplastiques (TP) renforcés de fibres courtes se développe fortement. Il est important de bien situer les différences fondamentales de ces deux types de matrices.

Tableau I-1 : Tableau comparatif entre les TP et les TD [5, 8].

Matrices	Thermoplastiques TP	Thermodurcissables TD
Etat de base	solide et prêt à l'emploi	liquide visqueux à polymériser
Stockage	Illimité	réduit
Mouillabilité des renforts	Difficile	aisée
Moulage	chauffage + refroidissement	chauffage continu
Cycle d'élaboration	Court	long
Tenue au choc	assez bonne	limitée
Tenue thermique	Réduite	bonne
Chutes et déchets	Recyclables	perdus ou recyclés en charges
Conditions de travail	Propre	émanation pour "méthode humide"
Viscosité	Elevée	faible
Température de mise en œuvre	élevée	faible
Température de service	faible	élevée
Réaction chimique durant la mise en œuvre	non	oui

I.1.4.2 Les renforts

Le renfort est le composant clé des composites et peut être défini comme le squelette ou l'armature du matériau qui va supporter la plus grosse partie des efforts mécaniques. Il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité de la pièce dans laquelle il est incorporé. En outre, peut offrir d'autres propriétés intéressantes telles qu'une faible résistance diélectrique, haute température, ou résistance au fluage [9].

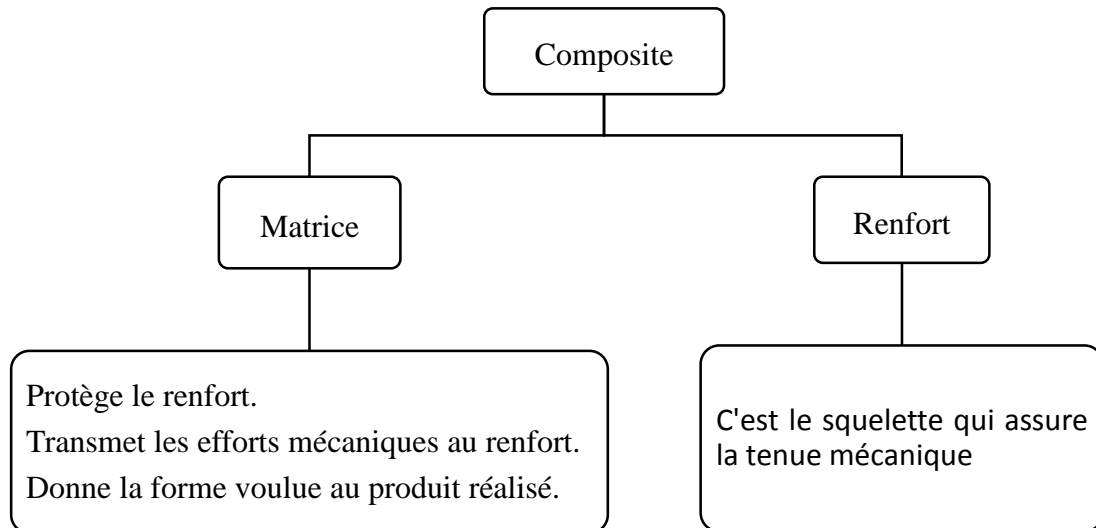


Figure I-3 : Organigramme représentant les constituants du matériau composite et leurs propriétés.

I.1.5 Composites à fibres synthétiques

La combinaison des différents constituants d'un futur matériau composite peut être réalisée de différentes manières et en plusieurs étapes afin notamment de proposer des produits spécifiques. Les innombrables possibilités dans le choix des fibres ouvrent des voies pour de nombreuses applications. Les fibres synthétiques sont parmi les fibres les plus utilisées dans le monde grâce à leur coût de production et leur facilité de fabrication. Elles sont produites à partir de dérivés de la houille, le pétrole ou encore du recyclage. Les composites renforcés par ces fibres présentent de bonnes propriétés reliant surtout une grande rigidité et une bonne résistance à une faible densité ce qui rend leur utilisation industrielle de plus en plus répandue. Ces fibres ont également été étudiées à des fins d'applications très précises, telles que la fabrication des matériaux d'isolation, les tissus pare-balles, les fuselages, les ailes d'avion et même pour renforcer les mortiers et les bétons. Les fibres synthétiques même si elles peuvent être extrêmement pratique, doivent être utilisées avec modération car elles sont issues du pétrole et ont des conséquences sur l'environnement et même sur l'équipement à cause de leur caractère abrasif [5].

I.1.6 Composites à fibres naturelles

Les bio composites sont des matériaux composites comprenant une ou plusieurs phases dérivées d'une origine biologique. En termes de renforcement, cela pourrait inclure des fibres naturelles telles que le Diss, le Doum, l'Alfa, le chanvre, etc. Les matrices peuvent être aussi des polymères, idéalement issus de ressources renouvelables telles que des huiles végétales ou des amidons. Ces composites possèdent l'avantage d'être respectueux de l'environnement et sont semi-dégradables, les termes « renouvelable », « recyclable » et « durable » sont dans l'air du temps. En fin de cycle, ils peuvent être recyclés ou compostés sans engendrer de toxicité pour l'environnement [10].

Dernièrement, les fibres naturelles ont acquis un grand intérêt à l'échelle industrielle. Ces fibres sont résistantes, possèdent des densités relativement basses, ont de faible coût et proviennent de ressources abondantes, renouvelables et non polluantes. Ces fibres peuvent être associées à des matrices de différentes natures. Les composites à base de fibres naturelles présentent des propriétés mécaniques susceptibles d'être utilisées dans les domaines techniques. En effet l'utilisation industrielle de ces matériaux composites est croissante dans de nombreux secteur d'activité (automobile, bâtiment, sport...). Ce succès incontestable est lié aux propriétés intrinsèques des renforts naturels et leur caractère écologique. Malheureusement, l'utilisation de ces fibres peut être limitée dans des applications industrielles dues à quelques inconvénients bien connus tels que l'absorption de l'eau et la faible stabilité thermique [3].

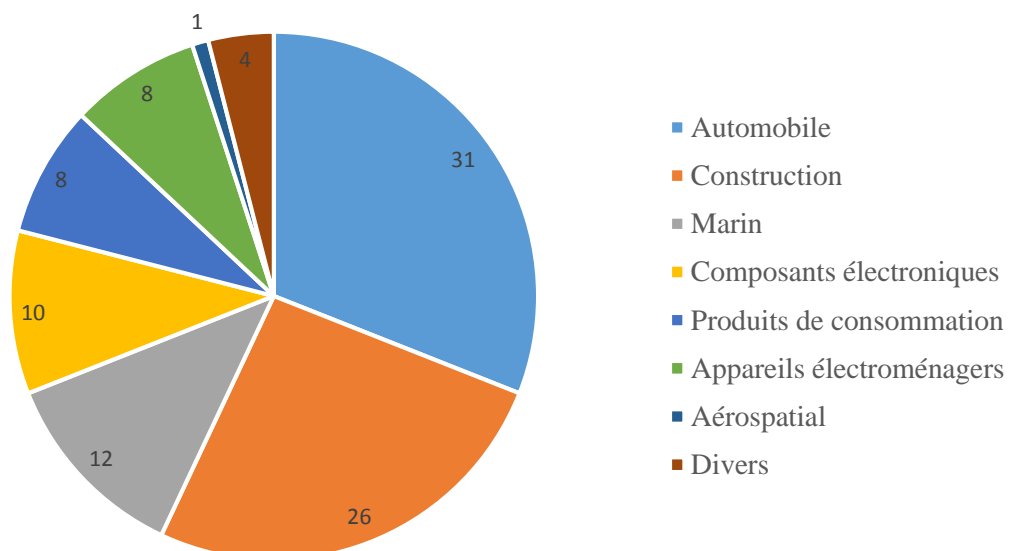


Figure I-4 : Utilisation des fibres naturelles [10].

Tableau I-2 : Avantages et inconvénients des composites à fibre naturelles [11].

Avantages	Inconvénients
- Faible coût	- Faible propriétés mécaniques
- Faible poids	- Absorption de l'humidité
- Flexibilité élevée	- Faible durabilité
- Renouvelable	- Faible résistance au feu
- Biodégradable	- Variation de qualité
- Bonne isolation thermique, sonore et acoustique	- Température de mise en œuvre restreinte
- Respectueux de l'environnement	- Mauvaise résistance aux bactéries
- Non toxique	- Faible résistance thermique
- Faible consommation d'énergie	
- Pas de résidus après incinération	
- Non irritant	

I.1.6.1 Adhésion à l'interface fibre/matrice

Dans les matériaux composites le choix des constituants ne peut se résumer à prendre la « meilleure » matrice et la « meilleure » fibre. Ces derniers sont séparés par une interface. Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle primordial dans les propriétés mécaniques et physiques du composite, de telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interphases assurent une bonne compatibilité et un transfert des contraintes entre la phase résistante et dispersée (la fibre) et la phase continue moins résistante (la matrice) pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requis [12].

I.1.6.2 L'effet de l'humidité

La fibre naturelle étant une matière poreuse très hydrophile du fait des groupements hydroxyles de la cellulose et des hémicelluloses, elle est propice à l'absorption de l'eau ce qui constitue un frein majeur au développement des composites renforcés par ce type de fibres. En présence d'humidité, les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée, les fibres gonflent, ce qui déstructure l'intérieur du

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

composite. L'interface affaiblie conduit à une chute des propriétés mécaniques et de la durabilité. Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des CFN. Cet effet doit tendre le plus possible vers zéro pour envisager des applications industrielles viables [12, 13].

I.2 Les fibres naturelles

Les FN connaissent un véritable boum que ce soit dans le milieu académique ou dans le milieu industriel. Dans ce dernier, la demande de produits plus respectueux de la nature et de l'environnement a accentué ce boum. Nous notons aussi que les FN attirent de par leurs faibles coûts (coûts de production et d'exploitation), elles s'inscrivent donc comme une alternative aux fibres synthétiques qui sont plus chères et plus nocives d'un point de vue environnemental.

Ces FN présentent de nombreux avantages du fait de leur biodégradabilité et de leur faible masse volumique. En revanche, ces fibres présentent une non-uniformité dans leurs caractéristiques liées à leur origine (diamètre non constant de la fibre, longueur variable), entraînant le plus souvent une dispersion de leurs propriétés mécaniques [14].

Actuellement, de nombreux types de fibres naturelles ont été étudiés pour être utilisés dans les plastiques, notamment le lin, le chanvre, la paille de jute, le bois, la canne (à sucre et bambou), le kénaf, la fibre de banane, la fibre de feuille d'ananas et le papyrus [15].

Le bois d'arbre est de loin le matériau le plus abondant au monde, avec une production mondiale annuelle de $1,75 \times 10^9$ tonnes par an, provenant de plus de 10 000 espèces. La production de coton, par comparaison, est de $18,5 \times 10^6$ tonnes par an, tandis que le kénaf, le lin et le chanvre sont respectivement de $9,7 \times 10^5$, $8,3 \times 10^5$ et $2,1 \times 10^5$ tonnes par an [16].

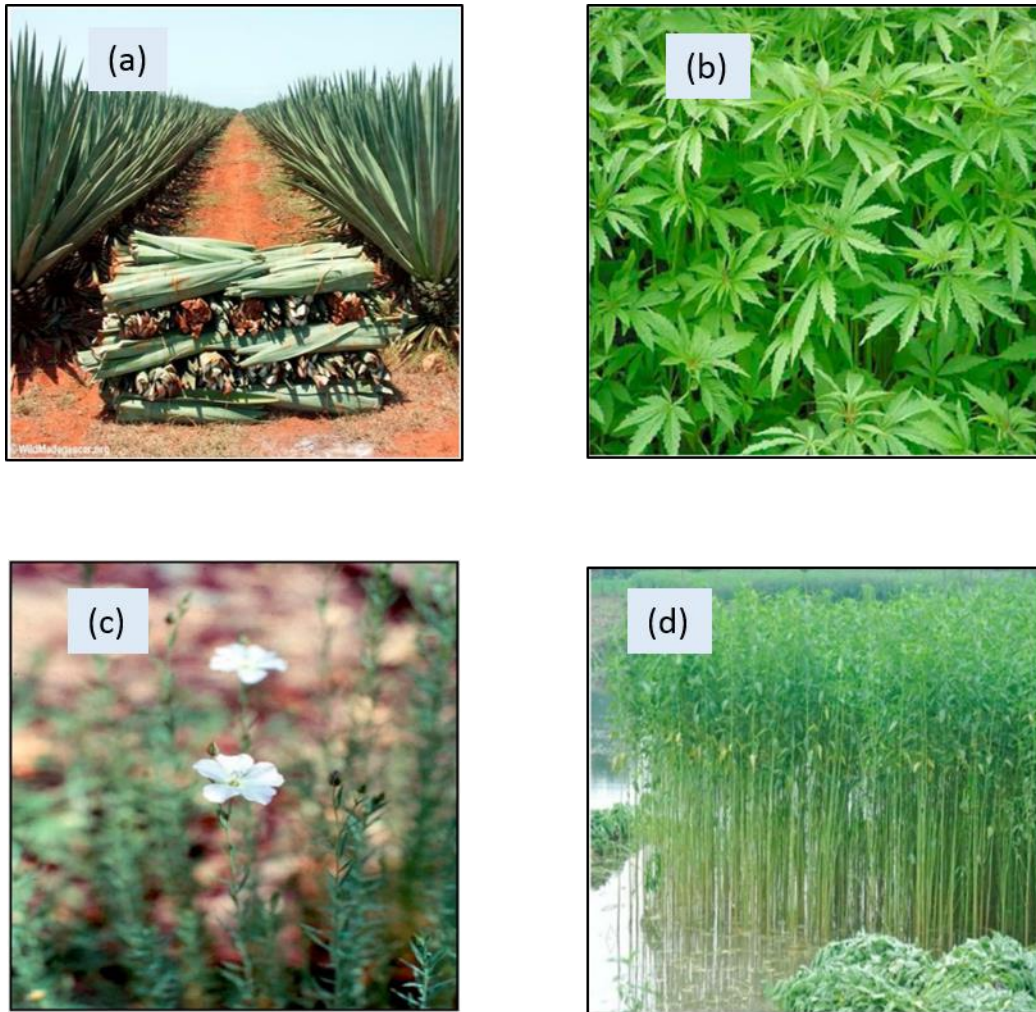


Figure I-5 : Fibres naturelles (a) sisal; (b) chanvre; (c) lin; (d) kénaf [17].

I.2.1 Classification des fibres naturelles

Différentes plantes fournissent des fibres naturelles. Celles-ci sont traditionnellement valorisées dans différents domaines comme le textile ou les cordes. Elles sont tous constituées en partie de cellulose, d'où le nom de fibres cellulosiques, et prélevés dans différentes parties des plantes [11]. Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres :

- Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres naturelles peuvent être classées en fibres de tiges (kénaf, jute, lin, ramie), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminée), les pseudo-troncs (palmier) et les enveloppes de fruits (noix de coco) ou les fibres dures extraites des tiges de plantes (bambou, Alfa).
- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois) et les fibres non ligneuses (douces,

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin).

- Suivant leur longueur, les fibres naturelles peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine ; et fibres courtes ou étoupes [18].

I.2.2 Composition des fibres naturelles

Actuellement, les matériaux d'ingénierie sont produits en utilisant à la fois des fibres naturelles et artificielles. Les fibres artificielles sont fabriquées de manière spécifique en utilisant divers composants avec des proportions prédéfinies, elles sont donc les mêmes partout dans le monde. Par conséquent, leurs propriétés mécaniques et thermiques varient peu. Au contraire, les fibres naturelles ont des propriétés uniques, car elles poussent dans un environnement naturel avec l'aide du sol, de la lumière du soleil, de l'eau et de l'air. Les conditions naturelles de l'environnement ne sont pas les mêmes partout dans le monde, mais varient d'un endroit à un autre et d'une saison à une autre, ces variations influent sur la croissance des plantes. Par conséquent, leurs propriétés mécaniques et thermiques varient en fonction de leur situation géographique. C'est pourquoi des recherches approfondies doivent être menées pour analyser les propriétés des fibres naturelles [19].

Tableau I-3 : Composition des fibres naturelles.

Fibres	Cellulose (%m)	Hemicellulose (%m)	Lignine (%m)	Pectine (%m)	Cires (%m)	Réf
Abaca	62,5	21	12	0,8	3	[19]
	56-63	--	12-13	1	--	[15]
Alfa	45,4	38,5	14,9	--	2	[19]
	43,8	28,4	18,7	--	--	[20]
	45	25	23	--	5	[20]
Bambou	34,5	20,5	26	--	--	[19]
Chanvre	81	20	4	0,9	0,8	[19]
	70-74	17,9-22,4	3,7-5,7	0,9	0,8	[15]
Coton	89	4	0,75	6	0,6	[19]
	85-90	5,7	--	7,85-8,5	0,6	[15]
Coco	46	0,3	45	4	--	[19]
	32-43	0,15-0,25	40-45	8	--	[15]
Diss	30,33	11,6	17	3,55	--	[19]
Jute	67	16	9	0,2	0,5	[19]
	61,1-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2	0,5	[15]
Kenaf	53,5	21	17	2	--	[19]
	45-57	21,5	8-13	3-5	--	[15]
Lin	70,5	16,5	2,5	0,9	--	[19]
	71	18,6-20,6	2,2	2,3	1,7	[15]
Ramie	72	14	0,8	1,95	--	[19]
	68,8-76,2	13,1-16,7	0,6-0,7	1,9	0,3	[15]
Sisal	60	11,5	8	1,2	--	[19]
	66-78	10-14	10-14	10	2	[15]

I.2.2.1 Cellulose

La cellulose est le composant structural de base de toutes les fibres naturelles. C'est un polymère naturel. Les molécules de cellulose sont constituées d'unités de glucose liées entre elles en longues chaînes qui sont à leur tour liées entre elles en faisceaux appelés microfibrilles. La cristallinité de la cellulose est déterminée par la liaison hydrogène qu'elle contient, celle-ci régule les propriétés physiques des fibres naturelles. C'est le composant principal qui leur confère la solidité, la rigidité et la stabilité [19].

I.2.2.2 Hémicellulose

Les hémicelluloses sont des polysaccharides liés entre eux par des chaînes relativement courtes et ramifiées. Elles sont intimement associées à des microfibrilles de cellulose, qui enrobent la cellulose dans une matrice. Les hémicelluloses sont très hydrophiles de nature. Le poids moléculaire des hémicelluloses est inférieur à celui de la cellulose [19].

I.2.2.3 Lignine

C'est un polymère d'hydrocarbure aromatique complexe qui confère de la rigidité aux plantes. Sans lignine, les plantes ne pourraient pas atteindre de grandes hauteurs. La lignine est un polymère tridimensionnel à structure amorphe et à poids moléculaire élevé, moins polaire que la cellulose. Elle sert d'adhésif chimique à l'intérieur des fibres et entre elles [19].

I.2.2.4 Pectine

C'est un nom composé d'hétéropolysaccharides qui confère de la souplesse aux plantes. La pectine est présente dans les fibres libériennes et les fruits. Sa dégradation entraîne une réduction de sa résistance [19].

I.2.2.5 Cire

La plupart des cires végétales sont des mélanges de longues chaînes substituées d'hydrocarbures aliphatiques. Elles contiennent des alcalins, des acides gras, des alcools primaires et secondaires, des cétones, des aldéhydes et d'autres ingrédients [19].

I.2.3 Morphologie des fibres naturelles

Sur le plan morphologique, les fibres naturelles sont de dimensions très variables qui dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre (Charle et al., 2006). Les fibres lignocellulosiques se distinguent de leurs homologues artificiels ou synthétiques par leur grande variabilité de L/D, qui est le rapport entre la longueur de la fibre (L) et son diamètre (D). Plus ce rapport est grand, meilleurs seront les performances mécaniques des composites.

La fibre naturelle se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi qui découle de celle de la porosité des fibrilles (Ververis et al., 2004), ainsi que la fraction volumique des différentes couches de la paroi (lamelle moyenne, paroi primaire et paroi secondaire) [21].

I.2.4 Structure de la fibre naturelle

La fibre naturelle tire sa structure de l'architecture et de la composition biochimique de sa paroi, celle-ci est composée de trois couches superposées dans le sens radial et elles sont parallèles à l'axe de la fibre. Cette structure très compliquée (montré dans la Figure I-6) qui est en fait formée par le canal central connu sous le nom de lumen et de paroi cellulaire. Cette dernière est divisée en trois parties : lamelle centrale, paroi primaire et paroi secondaire. La paroi primaire est la plus mince, de diamètre de 0.1 à 0.2 μm , constituée de cellulose désordonnée dans la pectine, l'hémicellulose et la matrice de lignine, tandis que la lamelle centrale est de 0.05 à 0.2 μm d'épaisseur. Elle assure la cohésion entre les cellules l'une avec l'autre pour former le faisceau fibrillaire et confère à la fibre ses propriétés de rigidité, alors que lumen est responsable du transport de l'eau. La paroi secondaire est divisée en trois parties : la première est externe ; paroi secondaire (S1) mince, elle forme que 10 à 20 % de toute la paroi, paroi centrale (S2) forme la partie la plus importante de la paroi cellulaire de 70 à 90 % de la paroi fibrillaire et paroi interne, (S3) c'est la couche la plus mince de 2 à 8% de toute la paroi. Donc l'épaisseur de la paroi cellulaire de la fibre dépend de la couche (S2) de la paroi secondaire [21, 22].

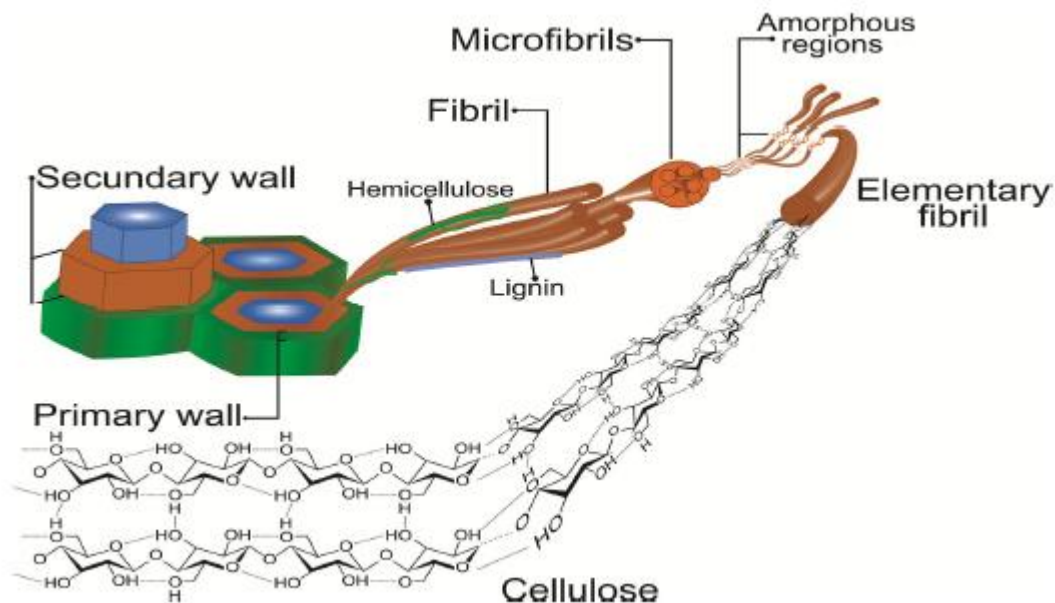


Figure I-6 : Structure des fibres naturelles [21].

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres. Quand l'angle des microfibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît car les microfibrilles de cellulose tendent à être sollicités suivant leur axe, tandis que l'extensibilité des parois augmente (Laurans et al 2006) [18, 21].

A l'échelle microscopique, l'architecture de ces fibres est complexe. Elles sont en fait constituées par des microfibrilles, elles-mêmes formées par des chaînes de cellulose. Ces chaînes s'associent entre elles par des liaisons hydrogène de façon parallèle pour former des microfibrilles dont la section (de l'ordre de quelques nm) est variable selon les espèces végétales. L'enchaînement des unités constitutives de cellulose induit une rigidité des chaînes qui, alliée à la grande régularité des enchaînements et au développement des liaisons hydrogènes inter et intra-chaîne est particulièrement favorable à une cristallinité élevée. La formation de zones cristallines très cohésives est responsable de l'essentiel des propriétés physiques et chimiques de ce matériau [21].

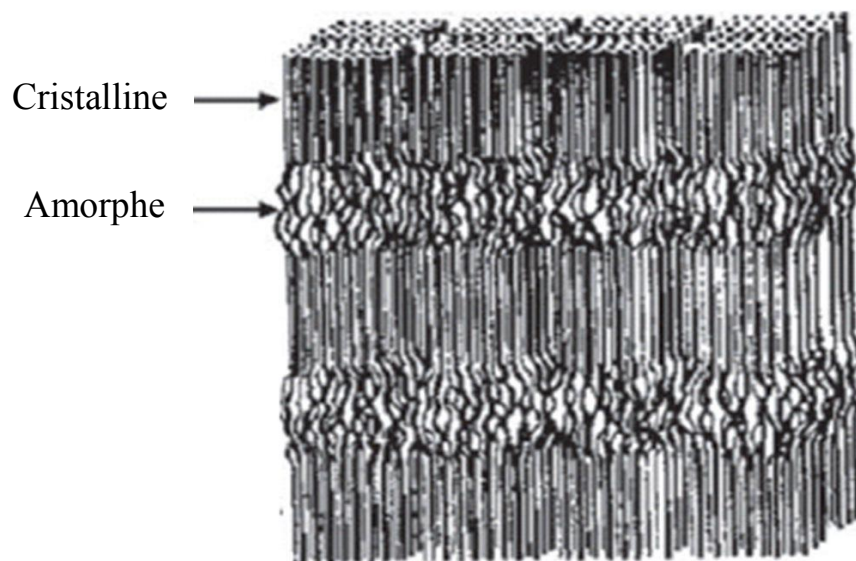


Figure I-7 : Représentation schématique des régions cristallines et amorphes de la cellulose fibrillaire [Bhattacharya et al., 2008].

I.2.5 Caractéristiques et propriétés des fibres naturelles

L'effet combiné de la cellulose, des hémicelluloses, de la lignine et de la cire dicte les propriétés globales des plantes à fibres. La propriété mécanique la plus importante des fibres naturelles, qui les rend aptes à la fabrication de matériaux composites, est leur résistance à la traction. La densité, le module de Young, l'allongement et la rigidité sont d'autres propriétés

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

importantes qui doivent être prises en compte lors de la sélection d'une fibre particulière à utiliser dans un matériau composite ou dans toute autre application industrielle. Les fibres naturelles sont de très bons isolants thermiques, sonores et électriques [19].

Tableau I-4 : Caractéristiques mécaniques des fibres naturelles.

Fibres	Densité (g/cm³)	Allongement (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Réf
Abaca	1,5	3,4	12	41	[19]
Alfa	0,89	5,8	350	22	[19]
Bambou	1,5		575	27	[19]
Chanvre	1,45	3	530	45	[19]
	--	1,6	690	--	[15]
Coco	1,25	27,5	140,5	6	[19]
	1,2	30	175	4,0-6,0	[15]
Coton	1,55	7	500	8	[19]
	1,5-1,6	7,0-8,0	287-597	5,5-12,6	[15]
Diss	1,3	12,42-18,41	122-316,8	3,5	[23]
Doum	--	2,54±0,44	249,7±8,95	6,34±1,44	[24]
Jute	1,4	2,5	325	37,5	[19]
	1,3	1,5-1,8	393-773	26,5	[15]
Kénaf	1,31	--	743	41	[19]
Lin	1,45	2,3	700	60	[19]
	1,5	2,7-3,2	345-1035	27,6	[15]
Ramie	1,55	3,7	915	23	[19]
	--	3,6-3,8	400-938	61,4-128	[15]
Sisal	1,4	8	460	15,5	[19]
	1,5	2,0-2,5	511-635	9,4-22	[15]

Tableau I-5 : Caractéristiques mécaniques des fibres synthétiques.

Fibres	Densité (g/cm³)	Allongement (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Réf
Aramide	1,4	3,3-3,7	3000-3150	63-67	[15]
Fibre de carbone	1,4	1,4-1,8	4000	230-240	[15]
Fibre de verre (E glass)	2,5	2,5	2000-3500	70	[15]
Fibre de verre (S glass)	2,5	2,8	4570	86	[15]

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

Les fibres naturelles s'avèrent être un bon renfort en vue de leurs propriétés mécaniques, elles sont certes bien inférieures à celles des fibres synthétiques comme le montre les tableaux I-4 et I-5 mais compensent néanmoins par leur faible densité. En prenant l'exemple des fibres Alfa et des fibres de verre (S glass), on voit que l'on peut gagner presque 3 fois en termes de densité du renfort si les sollicitations mécaniques auxquelles il sera contraint sont faibles.

Cependant, il est difficile de maîtriser les propriétés mécaniques des fibres naturelles, cela est dû à la variation du climat, de l'intensité des précipitations, de la nature du sol et plein d'autres facteurs pouvant influencer les fibres.

La nature hydrophilique est un autre problème majeur des fibres cellulosiques quand elles sont utilisées comme renforts dans les plastiques. La teneur en humidité de la fibre dépend de la teneur en constituants non cristallins, de la porosité, et peut atteindre 10% (du poids total) dans les conditions standards. Le caractère hydrophilique influence l'ensemble des propriétés mécaniques ainsi que d'autres propriétés physiques de la fibre prise isolément [25].

I.2.6 Avantages et inconvénients

Les fibres naturelles, en tant que renfort, ont récemment attiré l'attention des chercheurs en raison de leurs avantages par rapport à d'autres matériaux bien établis. Elles sont écologiques, entièrement biodégradables, disponibles en abondance, renouvelables, bon marché et ont une faible densité. Les fibres naturelles sont légères par rapport aux fibres de verre, de carbone et d'aramide. La biodégradabilité des fibres naturelles peut contribuer à un écosystème sain, tandis que leur faible coût et leurs performances élevées répondent à l'intérêt économique de l'industrie [15].

Lorsque les plastiques renforcés par des fibres naturelles sont soumis, à la fin de leur cycle de vie, à un processus de combustion ou à une mise en décharge, la quantité de CO₂ libérée par les fibres est neutre par rapport à la quantité assimilée pendant leur croissance. La nature abrasive de la fibre est beaucoup plus faible, ce qui entraîne des avantages en matière de procédés techniques et de recyclage des matériaux composites en général. Les plastiques renforcés par des fibres naturelles, en utilisant des polymères biodégradables comme matrices, sont les matériaux les plus respectueux de l'environnement, qui peuvent être composés à la fin de leur cycle de vie. Les composites à base de fibres naturelles sont utilisés à la place du verre, principalement dans des applications non structurales. Un certain nombre de composants automobiles auparavant fabriqués avec des composites en fibres de verre sont maintenant fabriqués avec des composites respectueux de l'environnement. Bien que les fibres naturelles et leurs composites soient écologiques et renouvelables (contrairement aux sources d'énergie

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

traditionnelles, c'est-à-dire le charbon, le pétrole et le gaz), ils présentent plusieurs inconvénients. Ceux-ci sont : une faible mouillabilité, une incompatibilité avec certaines matrices polymériques et une forte absorption d'humidité. Les matériaux composites fabriqués à partir de fibres naturelles non modifiées présentent souvent des propriétés mécaniques insatisfaisantes. Pour y remédier, dans de nombreux cas, un traitement de surface ou des agents de compatibilisation doivent être utilisés avant la fabrication du composite. Les propriétés peuvent être améliorées à la fois par des traitements physiques (traitement au plasma froid, traitement corona) et/ou chimiques (organosilanes d'anhydride maléique, isocyanates, permanganate d'hydroxyde de sodium et peroxyde). Les propriétés mécaniques des fibres naturelles sont beaucoup plus faibles que celles des fibres synthétiques, mais leurs propriétés spécifiques, notamment la rigidité, peuvent être comparables à celles des fibres synthétiques [15].

I.2.7 Application des fibres naturelles

Les fibres naturelles remplacent les fibres synthétiques comme renforcement dans diverses matrices. Les composites ainsi préparés peuvent être utilisés efficacement comme substitut au bois et également dans divers autres domaines techniques, par exemple les pièces automobiles.

Il y a soixante-dix ans, la quasi-totalité des ressources pour la production de produits de base et de nombreux produits techniques étaient des matériaux dérivés de textiles naturels. Les textiles, les cordes, les toiles et aussi le papier, étaient fabriqués à partir de fibres naturelles locales, comme le lin et le chanvre. Certains d'entre eux sont encore utilisés aujourd'hui. Dès 1908, les premiers matériaux composites ont été utilisés pour la fabrication de grandes quantités de feuilles, de tubes et de tuyaux à usage électronique (papier ou coton pour renforcer les feuilles, en résines phénoliques ou mélamine-formaldéhyde). Par exemple, en 1996, les sièges d'avion et les réservoirs de carburant étaient fabriqués en fibres naturelles avec une faible teneur en liants polymères. La dernière décennie a vu une multiplicité d'applications des composites de fibres naturelles en raison de leurs propriétés impressionnantes telles que la biodégradabilité et des propriétés spécifiques élevées. Actuellement, une révolution dans l'utilisation des fibres naturelles, en tant que renforts dans l'application technique, a lieu principalement dans les industries de l'automobile et de l'emballage (par exemple, les boîtes à œufs). Dans l'industrie automobile, les déchets textiles sont utilisés depuis des années pour renforcer les plastiques utilisés dans les voitures, notamment dans les Trabant [15].

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

L'utilisation des fibres naturelles dans les applications composites est très répandue dans le monde entier. Par conséquent, les matériaux composites à fibres naturelles sont utilisés pour la fabrication de nombreux composants dans le secteur automobile.

Ces matériaux sont en grande partie basés sur des matrices de polypropylène ou de polyester, incorporant des fibres telles que le lin, le chanvre et le jute. Ainsi, à l'avenir, les voitures pourront être moulées à partir d'huile de noix de cajou et de chanvre. Même les clubs de golf peuvent être construits avec des fibres de jute, et les raquettes de tennis peuvent être renforcées avec des poils de noix de coco. Les cadres de bicyclettes peuvent tirer leur force de n'importe laquelle des 2000 autres plantes appropriées. La révolution technologique dans l'utilisation des fibres naturelles pourrait aboutir au remplacement des matériaux synthétiques.

La gamme diversifiée de produits qui sont actuellement fabriqués, à partir de fibres naturelles et de résines biologiques dérivées du soja, donne vie à une nouvelle génération de composites biologiques pour un certain nombre d'applications. Celles-ci comprennent non seulement les véhicules automobiles (y compris les camions), mais aussi les logements et les structures résistantes aux ouragans, notamment aux États-Unis. Le secteur de la construction et l'industrie des loisirs sont quelques-uns des autres domaines où ces nouveaux matériaux trouvent un marché. En Allemagne, les constructeurs automobiles visent à rendre chaque composant de leurs véhicules soit recyclable, soit biodégradable [15].

Enfin, les biocomposites à base de fibres naturelles constituent une nouvelle classe de matériaux intelligents. Ils ont été utilisés pour l'impression 3D principalement sous forme de fibres discontinues ou de polymère renforcé en poudre. Les biocomposites imprimés en 3D ont souvent une faible teneur en fibres (< 30 % en poids) avec un très faible rapport d'aspect (L/d) afin de réduire la viscosité globale et d'améliorer l'imprimabilité [26].

Les tendances futures en matière d'impression 3D devraient être liées à des propriétés mécaniques plus élevées et à une meilleure sélection des matériaux. Ainsi, les biocomposites à fibres naturelles continues offrent une alternative pertinente aux biocomposites discontinus, en apportant des performances mécaniques radicalement plus élevées grâce à la teneur plus élevée en fibres et un meilleur contrôle de l'anisotropie par l'orientation des fibres. À cette fin, des fils de fibres naturelles de haute qualité (en termes de variété de fibres, de faible torsion et de faible poids linéaire) devraient être disponibles industriellement sur le marché, et la production de filaments à forte teneur en fibres devrait être étudiée. L'évolution des bureaux d'imprimantes à travers un environnement contrôlé et une alimentation et une buse personnalisées sont essentielles pour tirer profit de tout le potentiel des fibres naturelles (par exemple, la sensibilité à l'humidité, la topologie de la surface, les propriétés de traction). Les machines actuelles (par

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

exemple, les imprimantes Markforged) qui sont capables d'imprimer des composites à fibres continues ne peuvent pas utiliser d'autres matériaux que ceux qu'elles ont fournis. Dans un avenir proche, on prévoit une caractérisation complète de l'effet des paramètres d'impression et de tranchage sur les propriétés et les limites géométriques afin de pouvoir élaborer des modèles prédictifs fiables [26].



Figure I-8 : Applications des CFN : (a) Automobile, (b) Cyclisme, (c) Casque de protection, (d) Instruments de musique, (e) Chaise, (f) Planche de surf [27].

I.2.8 Le potentiel des fibres naturelles en Algérie

Les fibres naturelles sont présentes en masse dans les régions à climat tempéré ou semi arides. Nous retrouvons ce climat propice à cette végétation en Algérie dans les hauts plateaux ainsi que le nord avec un climat méditerranéen. Ces fibres généralement sauvages ne nécessitent pas de grandes attentions et résistent de par leurs natures aux conditions extrêmes, ce qui implique une récolte conséquente sans grands moyens investis dessus.

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

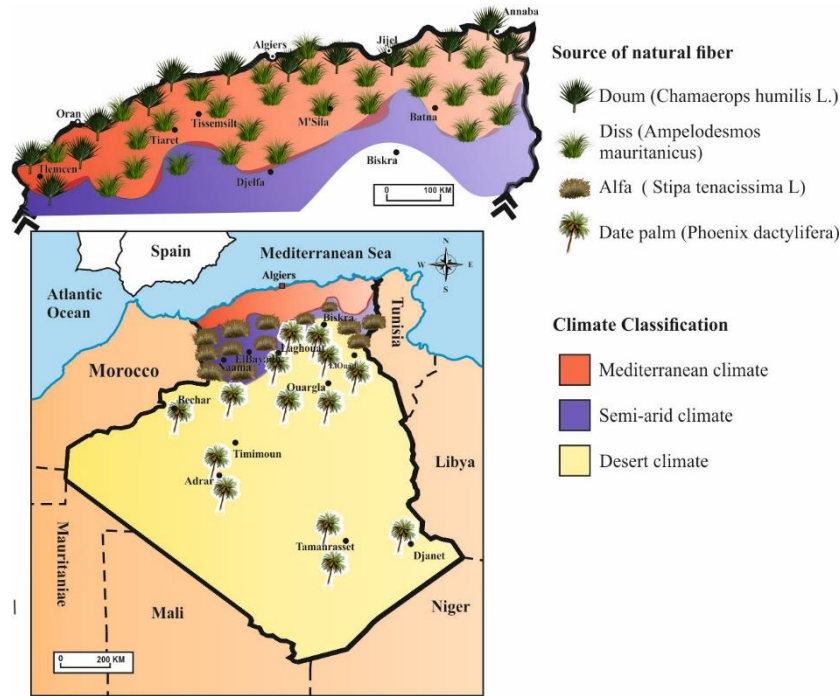


Figure I-9 : Carte de la distribution des plantes, source de fibre naturelles en Algérie.

Ensuite, nous savons que ces fibres naturelles sont utilisées de manière traditionnelle (comme le montre la Figure I-10).



Figure I-10 : Exemples d'artisanat Alfatier (des paniers, des paillassons, des espadrilles) [27].

Toutefois, ces fibres se trouvent principalement dans des zones rurales, d'un point de vue économique, une microéconomie peut se créer via de petites entreprises pour mettre à profit cette proximité avec la matière première. Ces entreprises pourront traiter plusieurs possibilités d'utilisation des fibres comme la papeterie, une production de produits artisanaux à moyenne ou grande échelle ou même se lancer dans les composites à renforts naturels.

I.2.8.1 Les fibres Alfa

L'Alfa (*Stipa Tenacissima*) est une herbe à touffes endémique de la Méditerranée occidentale, qui pousse sur les terres semi-arides de l'Afrique du Nord et du sud de l'Espagne [2, 29].

Elle est constituée de tiges de forme cylindrique qui ont une hauteur maximale d'environ 1 m. La différenciation des fibres est étroitement liée au cycle végétatif. Les fibres sont courtes et larges à la base de la feuille et deviennent plus longues et plus fines au-dessus de la feuille.

L'Alfa semble préférer les sols calcaires, peu profonds et perméables, dont la texture est dominée par un taux élevé de poussière de sable qui recouvre la tige de l'Alfa. La qualité de la cellulose contenue dans cette plante, c'est-à-dire la souplesse, la douceur et la résistance mécanique, lui confère les propriétés requises pour la fabrication du papier.

Les informations les plus récentes estiment que l'Alfa couvre une surface d'environ 3 millions d'hectares en Algérie [2].

La tige d'Alfa est constituée de fibres cellulosiques solides, rigides et légères qui sont principalement utilisées dans la production de papiers de haute qualité et pour la décoration, les cigarettes et les applications diélectriques. La tige est aussi traditionnellement utilisée dans la fabrication de cordes et de tapis [2].

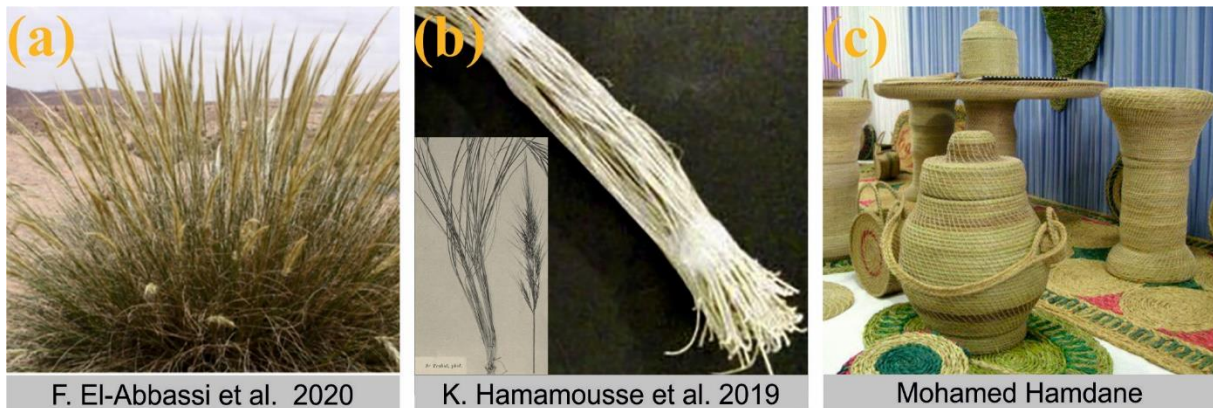


Figure I-11 : Les fibres Alfa, (a) Plante, (b) La touffe, (c) Application traditionnelle.

Le papier produit à partir de la pâte d'herbe d'Alfa, mélangée à une petite quantité de pâte chimique de bois, est généralement utilisé dans la fabrication de papiers d'impression. En raison de la courte longueur des fibres, la résistance à la traction du papier est inférieure à celle de nombreux autres papiers, mais sa résistance au rétrécissement et à l'étirement est supérieure. Ce papier est bien rempli, dense et possède d'excellentes qualités d'encre [29].

I.2.8.2 Les fibres de Diss

Ampelodesmos mauritanicus est une grande plante herbacée originaire d'Afrique du Nord et d'Europe du Sud et des régions sèches de Grèce et d'Espagne, communément appelée Diss en arabe, appartient à la famille des Poaceae. C'est une herbe sauvage qui pousse spontanément, avec une composition chimique caractérisée par 44-46% de cellulose, 26-27% d'hémicelluloses, 17-25% de lignine et 1.3% de graisses et de cires, avec une teneur en minéraux variable (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O et K_2O) (8-10%), en fonction des conditions de développement de la plante, de la composition du sol et des conditions climatiques de croissance (Abdelhak, 2017 ; Bourahli & Osmani, 2013 ; Chenah & Amrani, 2018).

La plante Diss a montré des propriétés mécaniques et thermiques intéressantes (Achour, Ghomari, & Belayachi, 2017), ce qui a favorisé son utilisation pour la production de matériaux de construction traditionnels en Afrique du Nord et de paniers artisanaux (Novellino, 2007).

Ces fibres ont également été utilisées et largement étudiées pour leurs intéressantes propriétés antiparasitaires, qui représentent en fait une utilisation traditionnelle de cette plante (Toudert, Djilani, & Djilani, 2009). Ces dernières années, elle a été étudiée comme source potentielle de biomasse pour la production de bioénergie [30].



Figure I-12 : Les fibres Diss, (a) Plante, (b) La touffe, (c) Application traditionnelle.

I.2.8.3 Les fibres de Doum

Hyphaene thebaica est un palmier du désert originaire d'Égypte, d'Afrique subsaharienne et des Antilles. Il est connu en Égypte sous le nom de Doum ou palmier à pain d'épices. Il peut atteindre 6 ou 9 m et possède généralement des tiges fourchues avec des feuilles en forme d'éventail, de 65 à 75 cm de long. Il est répertorié comme l'une des plantes utiles du monde (Fletcher, 1997). Le tronc du palmier est utilisé pour la construction, ainsi que pour la fabrication de divers ustensiles domestiques et les feuilles servent à fabriquer des nattes, à relier des colis [31].

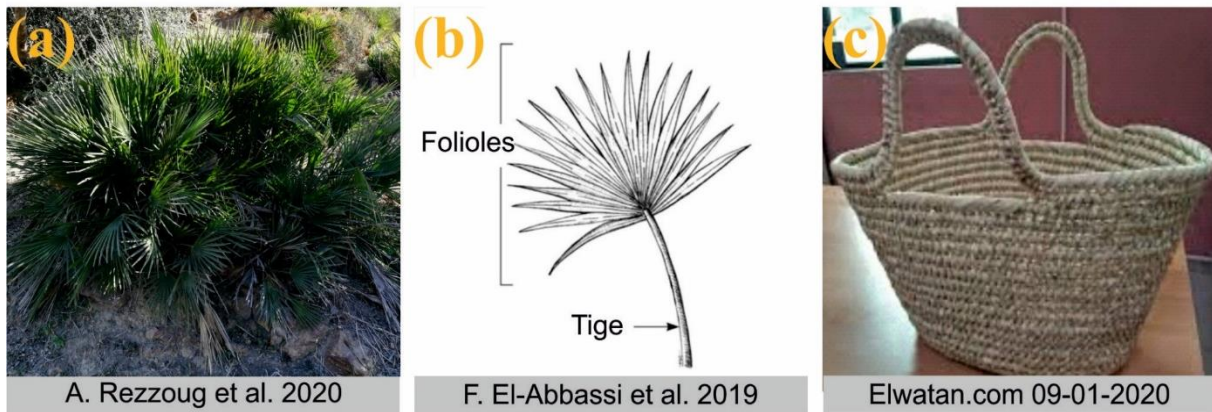


Figure I-13 : Les fibres Doum, (a) Plante, (b) La tige, (c) Application traditionnelle.

I.3 Traitement des fibres

En raison de la grande sensibilité des fibres naturelles à l'humidité, son absorption entraîne une réduction importante des propriétés mécaniques et une délamination. Cette réduction peut être due à une mauvaise liaison interfaciale entre la matrice et les fibres. Les fibres naturelles sont de nature polaires et hydrophiles contrairement aux matrices qui sont hydrophobes, cela crée des conditions actives (c'est-à-dire l'accessibilité à l'hydroxyle (OH) et à l'acide carboxylique groupes acides) pour l'absorption de l'eau. Il est donc nécessaire de modifier la surface des fibres pour les rendre plus hydrophobes et plus compatibles avec les matrices de résine par des traitements physiques et chimiques.

I.3.1 Traitements physiques

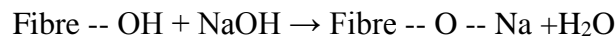
La modification physique des fibres naturelles améliore l'adhérence mécanique entre la fibre et la matrice en améliorant l'interface sans modifier leurs propriétés chimiques. Des recherches approfondies ont été menées pour comprendre l'influence des traitements physiques sur les fibres naturelles. Les méthodes de traitement physique comprennent : l'explosion par la vapeur, le traitement par le plasma, la décharge corona, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma et les ultraviolets. Toutes ces techniques modifient la surface structurale des fibres en provoquant la séparation des fibrilles et leur réorganisation de telle sorte qu'elles soient déposées dans une direction uniforme à l'intérieur de la matrice, modifiant ainsi les propriétés structurales de la surface fibrillaire. Ces traitements sont généralement utilisés en combinaison avec d'autres traitements de bases que ça soit des traitements chimiques ou biologiques [21].

I.3.2 Traitements chimiques

Les méthodes chimiques, tout comme les méthodes physiques, sont diverses (traitement alcalin, silane, acétylation, benzylation...etc.). Les modifications chimiques des fibres naturelles améliorent l'adhésion entre la matrice et les fibres grâce à des réactions chimiques. Leurs actions consistent soit à réduire les liaisons hydrogène à l'intérieur de la structure complexe de la fibre, soit à faire réagir les nombreux groupes hydroxyles présent sur la surface de la fibre avec d'autres groupes actifs du réactif.

I.3.2.1 Traitement alcalin

Le traitement alcalin, aussi appelée mercerisation, est l'une des méthodes les plus simples, économiques et efficaces pour améliorer les propriétés d'adhésion des fibres naturelles à la matrice. Dans cette méthode, la structure moléculaire cellulosique des fibres naturelles est modifiée à l'aide d'hydroxyde de sodium (NaOH) qui favorise l'ionisation des groupes hydroxyles à l'alkoxyde :



Le traitement alcalin provoque la fibrillation et la fragmentation des fibres ce qui augmente leur surface effective et réduit leur diamètre. Ceci offre par ailleurs une meilleure mouillabilité et un nombre de sites réactionnels plus important. Ainsi, une augmentation de la rugosité de la surface est observée du fait de la quantité plus importante de cellulose exposée à la surface des fibres, ce qui donne un meilleur verrouillage mécanique. La mercerisation permet d'éliminer une certaine quantité de lignine, de cire et d'huiles couvrant la surface externe de la paroi cellulaire des fibres, ce qui mène à une augmentation de leur indice de cristallinité. Ceci induit par la suite une augmentation des propriétés mécaniques du matériau composite et ralentit la vitesse de prise d'eau [7, 13].

I.3.2.2 Traitement par le silane

Le silane est un composé chimique de formule chimique SiH_4 utilisé comme agent de couplage pour modifier l'interface fibre/matrice et augmenter la force interfaciale, ce qui stabilise le matériau composite. Les agents de couplage à base de silane peuvent réduire le nombre de groupes hydroxyles de la cellulose dans l'interface fibre/matrice. En présence d'humidité, le groupe alkoxy hydrolysable conduit à la formation de silanol qui réagit alors avec le groupe hydroxyle de la fibre, formant des liaisons covalentes stables avec la paroi cellulaire chimisorbées à la surface de la fibre. Par conséquent, les chaînes d'hydrocarbures fournies par l'application de silane limitent le gonflement de la fibre en créant un réseau réticulé dû à la liaison covalente entre la matrice et la fibre.

Chapitre 1 : Composites à fibres naturelles

Il ressort que les matériaux composites à base de fibres traitées aux silanes possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles obtenues avec des fibres non modifiées. Une augmentation de la résistance à la traction et du module de Young est donc observée [7].

I.3.2.3 Traitement d'acétylation

L'acétylation décrit une réaction introduisant un groupe fonctionnel acétyle ($\text{CH}_3\text{COO-}$) dans un composé organique. L'acétylation des fibres naturelles est une méthode d'estérification bien connue qui provoque la plastification des fibres cellulosiques. La réaction implique la génération d'acide acétique (CH_3COOH) comme sous-produit qui doit être éliminé de la matière lignocellulosique avant l'utilisation de la fibre. La modification chimique avec l'anhydride acétique ($\text{CH}_3\text{-C(=O)-O-C(=O)-CH}_3$) substitue les groupes hydroxyle du polymère de la paroi cellulaire par des groupes acétyle, modifiant les propriétés de ces polymères de manière à ce qu'ils deviennent hydrophobes. L'acétylation peut réduire la nature hygroscopique des fibres naturelles et augmente leur stabilité dimensionnelle. Elle permet aussi l'élimination des constituants non cristallins des fibres, la production d'une surface de fibre lisse et l'amélioration de l'efficacité du transfert des contraintes [32].

I.3.2.4 Traitement de benzylation

La benzylation est une transformation importante dans la synthèse organique. Le chlorure de benzoyle comprend du benzoyle ($\text{C}_6\text{H}_5\text{C=O}$), il est utilisé dans le traitement des fibres pour diminuer leur nature hydrophile, améliorer leur adhérence interfaciale et leur stabilité thermique ainsi que l'interaction avec la matrice hydrophobe. Dans une première étape de prétraitement, la lignine, les cires et l'huile de couverture sont extraites et les groupes OH réactifs sont exposés à la surface des fibres. Elles sont ensuite traitées avec du chlorure de benzoyle, où les groupes OH des fibres sont remplacés par des groupes benzoyle. La benzylation de la fibre améliore l'adhésion fibre/matrice, ce qui augmente considérablement la résistance du composite, diminue son absorption d'eau et améliore sa stabilité thermique [7, 32].

I.3.2.5 Traitement isocyanate

L'isocyanate est un composé contenant le groupe fonctionnel isocyanate -N=C=O , qui est très sensible à la réaction avec les groupes hydroxyles des fibres. Le traitement à l'isocyanate augmente les propriétés de liaison entre les fibres et la matrice en fournissant des liaisons covalentes fortes entre elles. Il augmente également les propriétés de résistance à l'humidité. De plus, l'hydrophobie des fibres traitées est nettement augmentée [7].

I.4 Procédés de mise en œuvre des matériaux composites

Les matériaux composites ont intéressé de plus en plus les scientifiques et les ingénieurs pour leurs potentiels de transformation et pour la latitude de conception qu'ils offrent. L'étude des phénomènes contrôlant la combinaison des renforts et de la matrice a donné naissance à de nombreuses techniques et procédés de mise en œuvre. Ces derniers sont généralement conditionnés par deux types de contraintes : des contraintes de coût liées au nombre de pièces à réaliser et des contraintes techniques qui peuvent dépendre des propriétés mécaniques, de l'aspect de surface, de la finition, etc.

Les procédés de mise en œuvre des composites à fibres naturelles sont en général analogues à ceux utilisés pour les matériaux composites. Les fibres naturelles sont mélangées aux matrices thermoplastiques ou thermodurcissables par diverses techniques : moulage par injection, par infusion, extrusion, etc.

I.4.1 Moulage au contact

Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Cette technique consiste à déposer les fibres sèches à la surface d'un moule où les couches successives de fibres sont ajoutées jusqu'à l'obtention de l'épaisseur finale, elles sont ensuite recouvertes avec la résine liquide. L'imprégnation est achevée à l'aide de rouleaux, de brosses et de pinceaux avant la polymérisation de la résine. Après durcissement, la pièce est démoulée et les surplus sont éliminés par roulage [5].

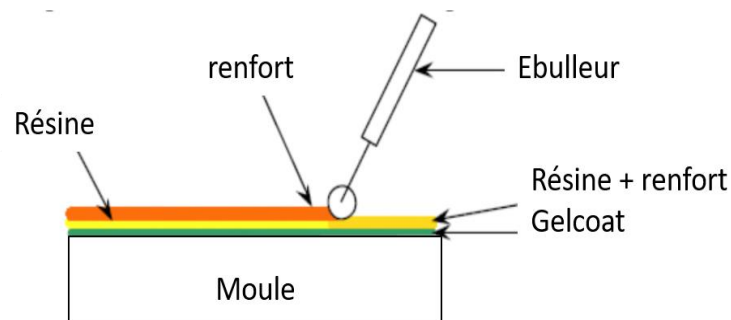


Figure I-14 : Procédé de moulage au contact.

I.4.2 Moulage sous vide

Cette technique est similaire au moulage au contact sauf que l'opération est réalisée sous vide, elle s'effectue entre un moule et un contre-moule rigide, semi-rigide ou souple suivant la technologie de mise en œuvre. Le renfort (mat, tissu, préforme) est placé à l'intérieur du moule

puis la résine catalysée est versée sur le renfort. On utilise la pression qui s'exerce sur le moule lors de la mise sous vide pour répartir la résine et imprégner le renfort. La résine peut également être injectée par l'aspiration consécutive au vide [8].

I.4.3 Moulage par pultrusion

Ce procédé de fabrication continu permet de produire des profils de diverses sections obtenues à partir de renforts continus. La pultrusion combine sur une même ligne plusieurs procédés comme la mise en place des semi-produits de renfort, leur imprégnation par la résine, la polymérisation, la consolidation et la solidification. La pultrusion débute avec les matières premières à une extrémité de la ligne et se termine par un produit fini tiré par une machine de traction. Plusieurs types de renforts sont rassemblés avant leur passage dans un bain contenant la résine liquide. Le matériau est ensuite tiré à travers une filière chauffée. Cette dernière permet l'imprégnation des renforts et donne la forme finale au composite. L'imprégnation peut se faire aussi par une injection de résine en début de filière. Le profil de température et la vitesse de la ligne sont contrôlés pour permettre une polymérisation optimale [5].

I.4.4 Moulage par injection

Ce procédé consiste à verser le matériau (sous forme de granulés) dans une vis qui est chauffée. La rotation de la vis alliée à la température va ramollir les granulés, qui se transforment en matière plastique fondue. Le mélange de résine et de fibres est ensuite injecté sous pression dans un moule fermé. Cette étape de la mise en œuvre réduit la longueur moyenne des fibres [5].

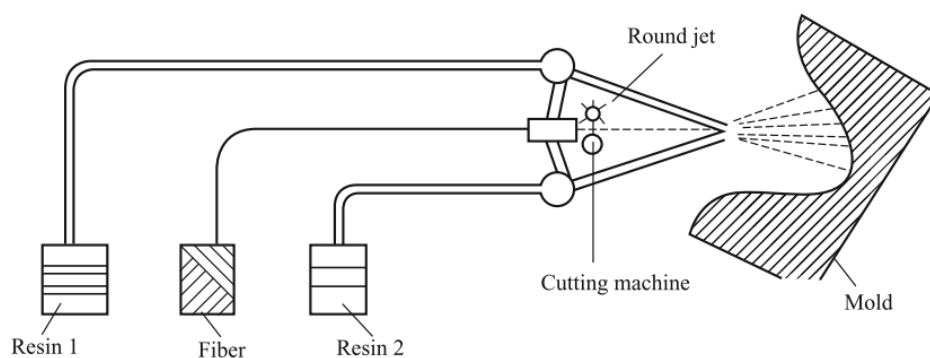


Figure I-15 : Procédé de moulage par injection..

I.4.5 Moulage par injection de résine RTM

Le principe du moulage par injection de résine liquide RTM (Resin Transfert Molding) est l'injection sous vide d'une résine dans l'entrefer d'un moule rigide où est placé le renfort. L'outillage comprend un moule, un contre moule et une pompe à vide utilisée pour aspirer la résine à travers le renfort jusqu'au remplissage complet de l'empreinte. Le vide est également nécessaire en périphérie pour la fermeture. Après durcissement de la résine, le moule est ouvert et la pièce démoulée [33].

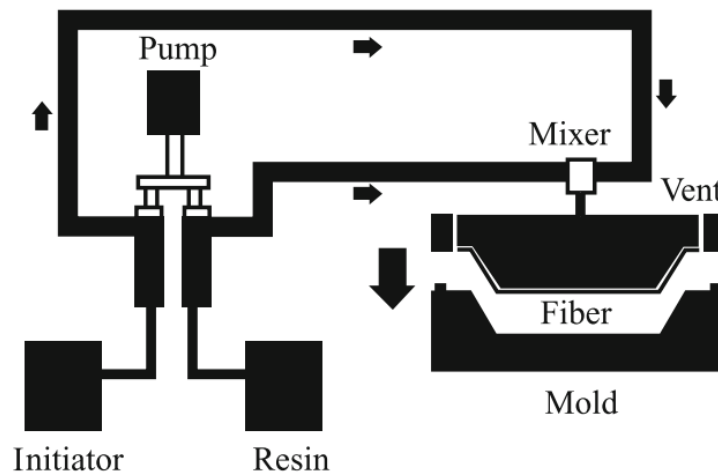


Figure I-16 : Procédé RTM.

I.4.6 Moulage par infusion

Le principe de l'infusion est le parcours majoritairement transversal de la résine à travers le renfort. Elle se démarque des autres méthodes d'injection par le fait qu'une dépression est imposée aux événements (infusion). Elle ne nécessite ni l'utilisation d'un contre-moule ni d'une étuve, ce qui diminue les coûts d'investissement. Seul un demi moule est utilisé, un sac à vide sert de contre moule et est relié à un ou plusieurs pots de résine par des canaux d'alimentation. Une fois le vide créé, la résine liquide est aspirée et distribuée en surface sous le sac puis s'infiltrer lentement dans les renforts [33].

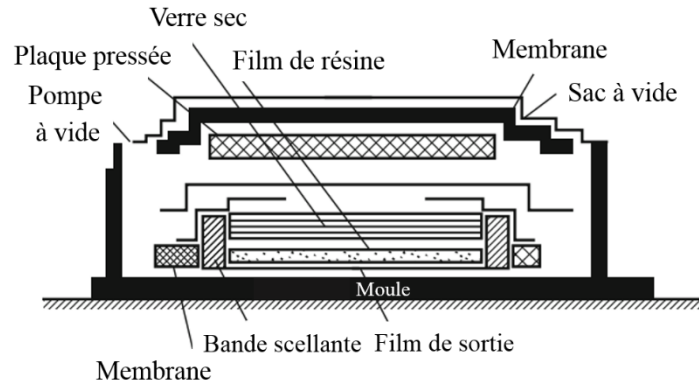


Figure I-17 : Procédé de moulage par infusion.

I.4.7 Moulage par centrifugation

Ce procédé est utilisé pour des pièces de révolution creuse. Le renfort et la résine sont déposés dans un moule ; la rotation de la pièce à l'intérieur d'un four répartit ensuite le mélange fibre/résine sur la surface interne du moule. De grandes pièces de plusieurs mètres parfaitement étanches ainsi que des cuves coniques peuvent être produites [5].

Chapitre 2 :

Etat de l'art

II.1 Historique

Selon de nombreuses études antérieures, il s'est avéré que les fibres naturelles présentent une bonne alternative aux fibres synthétiques incorporées dans les matériaux composites. Depuis de nombreuses années, pour des raisons économiques et environnementales, l'utilisation des renforts fibreux en général suscite un intérêt croissant. Cependant, l'utilisation des fibres naturelles présente un inconvénient majeur dû à leur nature hydrophile, par conséquent, le vieillissement des matériaux composites peut avoir lieu à cause de la diffusion des molécules d'eau entraînant un effet de gonflement. De plus, l'adhérence entre les fibres naturelles et la matrice est insuffisante [29].

L'usage des fibres naturelles comme renfort de polymère n'est pas une idée nouvelle. En 1912, George Ellison développe le Tufnol, un composite réalisé par imprégnation de fibres de coton dans la Bakélite (résine phénolique) pour réaliser des isolants électriques. En 1937, De Bruyne remplace les fibres de coton par celles de lin dans le but d'élaborer des composites destinés aux applications aéronautiques. Le matériau développé, nommé Gordon aérolite, a été utilisé pour la fabrication d'un longeron d'aile (09 m de longueur) et d'éléments de fuselage d'avion, ayant la forme d'un pré-imprégné unidirectionnel lin/phénolique. La mise en œuvre s'effectue en imposant un cycle de température sous pression. Auparavant, les performances mécaniques spécifiques (rapport entre la résistance (ou de la rigidité) et la masse) ont été supérieures à celles des autres matériaux disponibles.

En 2012, les marchés des secteurs du transport et du bâtiment sont particulièrement intéressés par ces nouveaux matériaux. Pour cela 352 k tonne de CRFN ont été produits, sachant qu'à l'horizon de l'an 2020, cette quantité devrait à minima tripler pour atteindre entre 600 et 1000 k tonne [11].

II.2 Incorporation des fibres Alfa dans les matériaux composites

Plusieurs études ont été portées sur les fibres Alfa qui sont en abondance dans la région méditerranéenne. Cette plante joue un rôle essentiel dans la protection de cette région contre la désertification et l'empiètement du désert.

Fatima Ezzahra El-Abbassi et al. ont étudié les compositions morphologiques et chimiques ainsi que les propriétés mécaniques des fibres Alfa. D'autre part, une étude comparative aux fibres d'autres plantes a été menée.

Plusieurs travaux de recherche universitaire ont été étudiés dans le cadre des fibres Alfa employées comme renforts pour des matrices thermodurcissables et thermoplastiques. Compte

tenu de ce qui précède, ces fibres sont de bons candidats pour un renforcement potentiel des matrices polymériques dans les pays d'Afrique du Nord [20].

Pour assurer une croissance optimale, la plante *Stipa Tenacissima* a besoin d'un sol à forte teneur en calcaire (30 à 40%) et à faible teneur en gypse (~2%). Cependant, cette plante ne s'adapte pas bien aux sols dont la teneur en argile est comprise entre 12 et 20 %. De plus, la plante Alfa présente plusieurs adaptations morpho-physiologiques qui lui permettent de résister aux environnements extrêmes, en particulier à l'écosystème méditerranéen dur [20].

Ainsi, l'Alfa existe dans les régions où les précipitations sont faibles et irrégulières (200 et 400 mm de pluie par an), où la température est élevée (environ 40 °C) et où l'ensoleillement est élevé.

La feuille d'Alfa se présente sous la forme d'un ruban circulaire lisse, brillant et solide. Son diamètre diminue progressivement du niveau le plus bas au niveau le plus haut, comme le montre la Figure II-1. Elle peut se replier le long de son axe long, dissimulant complètement la surface rainurée. Ainsi, la feuille peut être ouverte ou fermée longitudinalement en fonction de l'humidité relative de l'atmosphère [20].

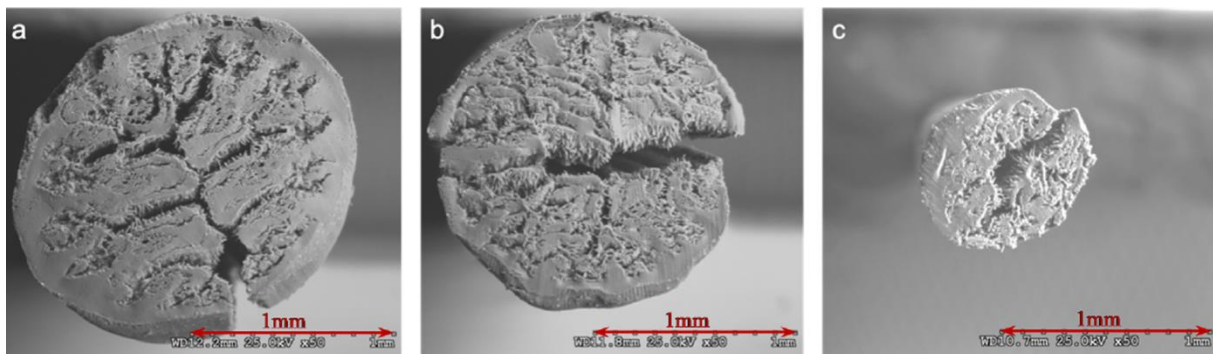


Figure II-1 : Coupes transversales d'une fibre Alfa : (a) niveau le plus bas, (b) niveau médian et (c) niveau supérieur.

Les propriétés mécaniques du paquet d'Alfa sont largement étudiées dans plusieurs ouvrages. La plupart de ces contributions soulignent que ces propriétés peuvent être affectées par plusieurs facteurs tels que les conditions de croissance et de récolte, l'âge de la plante, l'emplacement des fibres, l'hétérogénéité des feuilles et des fibres. Ces travaux montrent que les fibres Alfa présentent un module de Young, une contrainte à la rupture, une déformation à la rupture entre [18-58 GPa], [187-1327 MPa] et [1,4-5%], respectivement [20].

La majorité des fibres naturelles ont une température de dégradation basse. Par conséquent, une température de traitement élevée ne peut donc pas être utilisée sur ces fibres au risque de les dégrader [20].

Finalement, ils ont conclu que la *Stipa Tenacissima* joue un rôle important pour l'équilibre des écosystèmes semi-arides et est également liée aux activités humaines à long terme. Récemment l'utilisation des fibres Alfa comme renforts dans les CMP suscite un intérêt croissant. Les propriétés mécaniques des fibres Alfa sont similaires à celles du jute et des fibres de sisal. En conséquence, les résultats obtenus après l'incorporation des fibres Alfa ont marqué une amélioration de la résistance mécanique des composites polymériques. De plus, d'autres propriétés mécaniques et hydrothermiques de ces composites peuvent encore être améliorées en appliquant des traitements chimiques sur les fibres. Cependant, des mesures de précaution doivent être prises en considération, vu l'effet néfaste de ces traitements sur le milieu environnant. Par ailleurs, cet intérêt économique induit par l'utilisation des fibres Alfa comme renforts des composites pourrait sauver les steppes d'Alfa de la détérioration. En fait, actuellement nous n'accordons pas une priorité sociale majeure à ces steppes et elles sont par conséquent en train d'être transformées en zones désertiques (surpâturage et non régénération)

Malheureusement, comme toutes les fibres non ligneuses, l'inconvénient majeur de l'utilisation des fibres Alfa dans les applications industrielles est dû aux énormes variations de leurs propriétés chimiques et physiques. Afin d'y remédier, de nouvelles pratiques agricoles et des procédés d'extraction adaptés doivent être développés [20].

Abdelhak Maghchiche et al. ont mené une étude sur l'extraction des fibres cellulosiques d'Alfa destinées à être employées dans différentes applications. Ce matériau est renouvelable, biodégradable et très écologique. En fait, sa culture ne nécessite qu'une très petite quantité d'eau sans faire appel aux insecticides et pesticides. Pour produire des fibres ultimes, il faut rechercher une méthode d'extraction appropriée, ces fibres ont une longueur comprise entre 0,3 et 2,5 mm et un diamètre compris entre 5 et 20 μm [2].

Dans leurs travaux, Bessadok et al. ont appliqué différents traitements chimiques de surface sur la fibre d'Alfa. Ces derniers consistent en une acétylation, à l'aide de produits chimiques tels que le styrène, l'acide acrylique et l'anhydride maléique. Une caractérisation par spectroscopie infrarouge, de l'énergie de surface et de l'analyse microscopique de ces fibres a été conduite afin d'analyser l'effet des traitements effectués. Une étude détaillée sur les caractéristiques de sorption de l'eau des fibres d'Alfa a été menée, montrant que les traitements ont réduit l'absorption globale d'eau des fibres Alfa. En particulier, le traitement au styrène qui permet d'augmenter de manière significative la résistance à l'humidité de ces fibres [29].

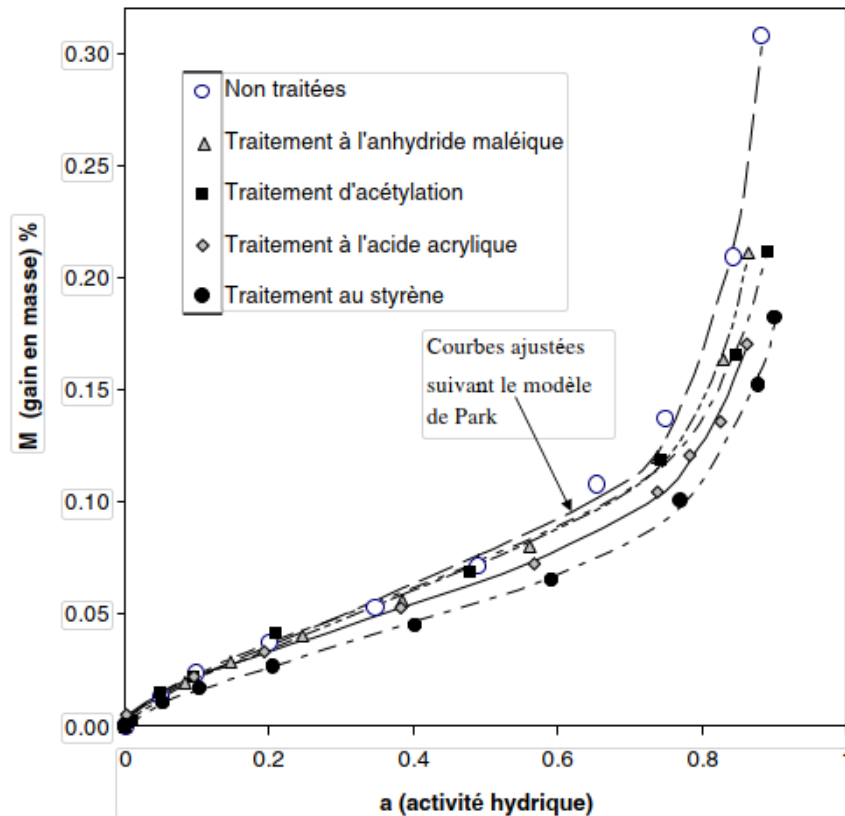


Figure II-2 : Courbes de sorption d'eau pour les fibres traitées et non traitées à 25°C [28].

Fatima Ezzahra El-Abbassi et al. ont aussi étudié l'effet du traitement alcalin et du vieillissement à l'eau sur plusieurs composites en polypropylène renforcé par des fibres d'Alfa courtes. À cet effet, différents composites avec des fibres non traitées et traitées ont été élaborés par des procédés d'extrusion et de moulage par injection, ensuite, les produits obtenus ont été soumis à un vieillissement à l'eau. Les résultats montrent que c'est bien le traitement alcalin qui réduit l'absorption d'eau dans les composites étudiés pendant leur exposition à l'humidité. Également, ce traitement améliore considérablement les propriétés de traction par rapport aux matériaux non traités. En effet, ce traitement chimique simple et bon marché a amélioré le module de Young et la résistance à la traction d'environ 23 et 16%, respectivement, pour le composite avec 30% en poids par rapport au composite non traité. L'analyse des émissions acoustiques a montré que le nombre de signaux provenant du décollement de la fibre/matrice augmente avec la fibre traitée et diminue avec le vieillissement à l'eau. Ces observations confirment que le traitement alcalin entraîne une forte liaison inter-faciale entre la fibre et la matrice, tandis que le vieillissement à l'eau provoque des dommages importants à l'interface fibre/matrice. D'autre part, la dégradation après le vieillissement à l'eau causée par l'absorption

d'humidité semble être moins importante pour les matériaux traités que pour ceux non traités [34].

II.3 Incorporation des fibres Doum dans les matériaux composites

Le choix du renfort est très important, il doit avoir de bonnes propriétés mécaniques intrinsèques, doit être compatible avec la matrice dont laquelle il va être incorporé. Parmi les renforts qui répondent à cette exigence, nous avons le Doum qui a fait l'objet de nombreux travaux de recherches.

Zahra et al. ont étudié l'incorporation d'une fibre de palmier Doum qui a été utilisée comme renfort pour le mortier de placage. L'objectif de ce travail est d'étudier les propriétés du mortier renforcé par des fibres ayant une longueur et une fraction massique variables. Cependant, ces fibres naturelles ont été affectées par le milieu alcalin environnant qui est celui du mortier, pour éviter ce problème un traitement alcalin des fibres avec une solution d'hydroxyde de sodium à 1 % de concentration a été utilisée pour réduire l'effet d'attaque alcaline. Dans ce cadre, cinq échantillons avec différentes teneurs en fibres (0,5 %, 1 %, 1,5 %, 2 % et 2,5 %) en poids et trois types de fibres (fibres en poudre, fibres mélangées et fibres longues) ont été utilisés [24].

Une amélioration des propriétés a été constatée en incorporant un faible pourcentage de fibres de palmier Doum dans le mortier de placage, avec une fraction de masse de 1 % pour la poudre et le mélange traités, ainsi que 0,5 % pour les fibres longues traitées parce que leur imprégnation devient difficile à une fraction massique élevée, en variant cette dernière au-delà des valeurs citées précédemment, cela n'impactera pas les propriétés mécaniques du composite [24].

Lors de cette étude, une amélioration de la résistance à la flexion a également été remarquée pour une fraction massique en fibres égale à 1 % pour la poudre et le mélange ainsi que 0,5 % pour les fibres longues. Cette amélioration est due au traitement alcalin qui élimine les impuretés dans les fibres. En revanche, une amélioration de la résistance à la compression a été constatée à une fraction de 2 % de fibres traitées de palmier Doum, elle augmente d'environ 4,41 %, 9,57 % et 1,26 % respectivement pour la poudre, le mélange et les fibres longues.

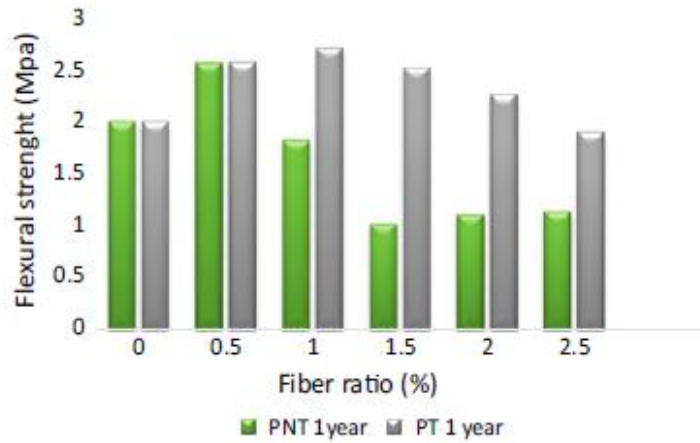


Figure II-3 : L'effet de l'incorporation des fibres en poudre dans le mortier de placage sur la résistance à la flexion [24].

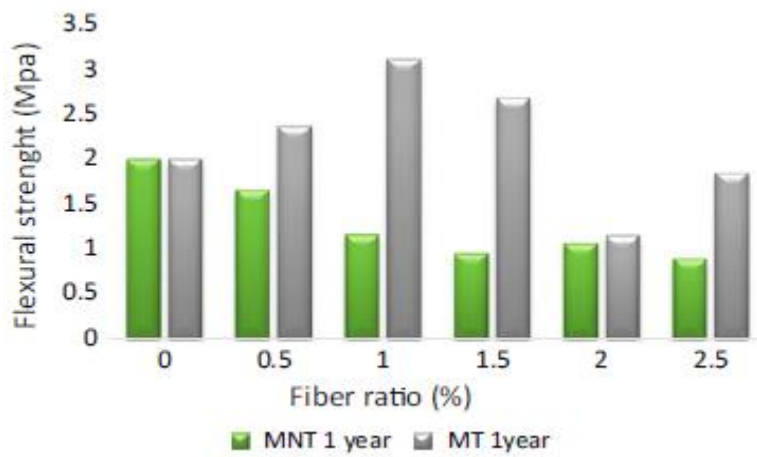


Figure II-4 : L'effet de l'incorporation d'un mélange de fibres dans le mortier de placage sur la résistance à la flexion [24].

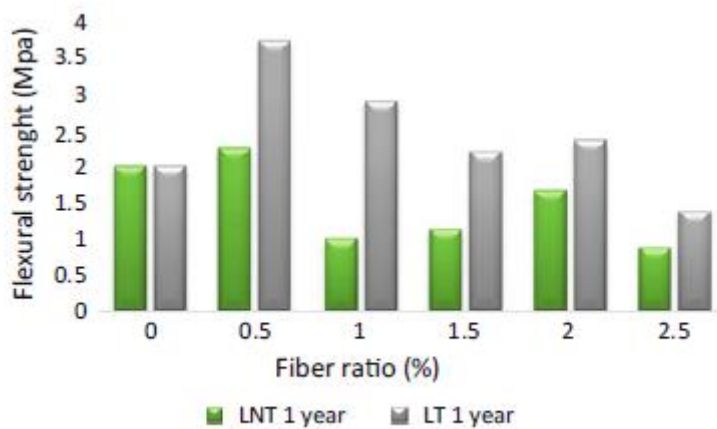


Figure II-5 : L'effet de l'incorporation des fibres longue dans le mortier de placage sur la résistance à la flexion [24].

Seuls les échantillons contenant des fibres traitées présentent une meilleure résistance à la flexion et à la compression. Ainsi, le traitement alcalin est un choix approprié pour éviter la dégradation des fibres dans l'environnement alcalin.

Compte tenu de ce qui précède, nous pouvons conclure que l'ajout de fibres traitées de palmier Doum dans les mortiers de placage n'est que bénéfique en terme d'amélioration de la résistance à la flexion et à la compression par rapport aux fibres non traitées.

Dans une autre étude, un composite en polychlorure de vinyle (PVC) chargé de particules de palmier Doum a été élaboré en utilisant des matériaux très peu coûteux. Ces derniers confèrent au matériau de base une légèreté globale et de bonnes propriétés mécaniques, il peut donc éventuellement être destiné au domaine de la tuyauterie.

B. Dan-asabe et al. ont élaboré des échantillons en composites chargés de particules de palmier Doum (feuilles) en moulage par compression. D'après les résultats obtenus, ils ont remarqué une évolution inversement proportionnelle de la densité du composite en fonction de la fraction massique de la charge, contrairement au module d'élasticité. La résistance à la traction a augmenté jusqu'à atteindre un seuil de 50 MPa, puis a diminué progressivement. Cette valeur maximale a été attribuée à une composition déterminée à 8,62 et 30% de chargement en particules de palmier Doum, PVC (matrice) et argile Kankara (charge) respectivement avec un pourcentage correspondant d'absorption d'eau de 0,72%, un module d'Young de 2 GPa, une résistance à la flexion de 84 MPa et une densité de 1,43 g/cm³ [35].

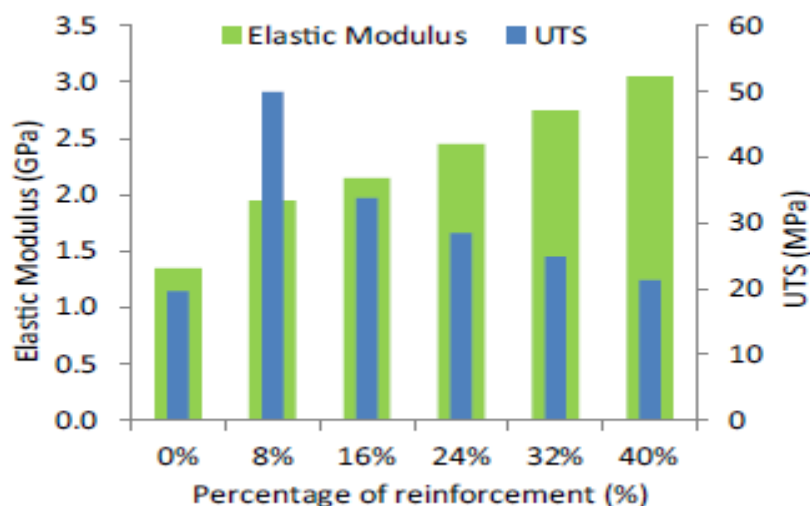


Figure II-6 : Effet du module élastique et la contrainte maximale sur le pourcentage en poids de renforts [34].

Les résultats de la microscopie électronique à balayage (MEB) ont montré une distribution assez uniforme des phases des constituants. La fluorescence des rayons X (FRX) confirme bien le résultat obtenu par diffraction des rayons X (DRX) par laquelle, la présence de minéraux de kaolinite, de quartz, de rutile et d'illite a été mise en évidence dans le kaolin d'argile. Une comparaison avec les matériaux de tuyauterie conventionnels a montré que le composite élaboré offre une économie de prix par mètre de longueur de 86,6 % et de 35,9 % par rapport à l'acier au carbone et au PVC.

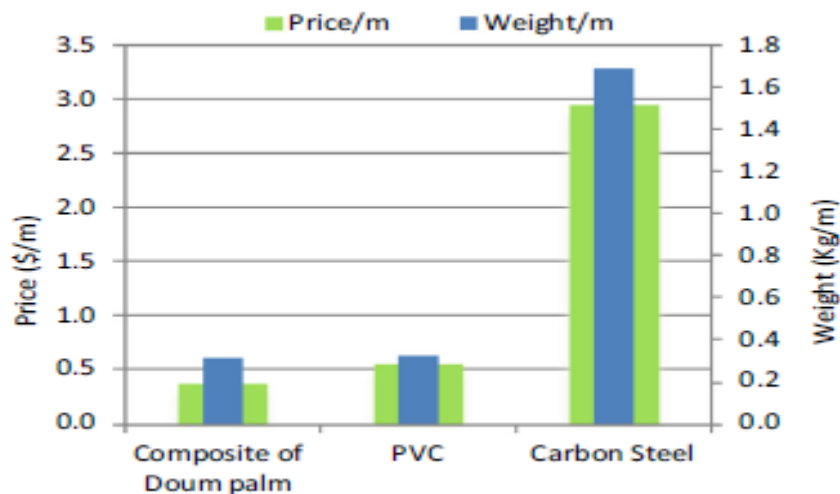


Figure II-7 : Prix et poids par mètre de longueur des matériaux de tuyauterie [34].

F.Z. Arrakhiz et al. ont utilisé les fibres Doum en tant que renfort du composite en polyéthylène à basse densité (PEBD). Ils ont alors étudié l'effet de l'incorporation des fibres dans la matrice polymérique en évaluant les propriétés thermiques et mécaniques des fibres Doum ayant subi un traitement alcalin afin d'améliorer leur état de surface et donc améliorer l'adhérence fibre/matrice [36].

Les résultats expérimentaux montrent qu'après l'incorporation des fibres dans la matrice en PEBD, une amélioration significative des propriétés mécaniques a été constatée. L'augmentation de la teneur en fibres de 0 à 30 % en poids a entraîné une augmentation du module de Young de 145 % à une charge en fibre de 30 % en poids par rapport au polymère ainsi qu'une augmentation du module de flexion de 135 % et du module de torsion de 97 % à une charge en fibre de 20 % en poids. Les fibres traitées présentent aussi des interactions plus importantes avec la matrice polymérique, ce qui permet une bonne dispersion dans le composite et une amélioration de sa rigidité [36].

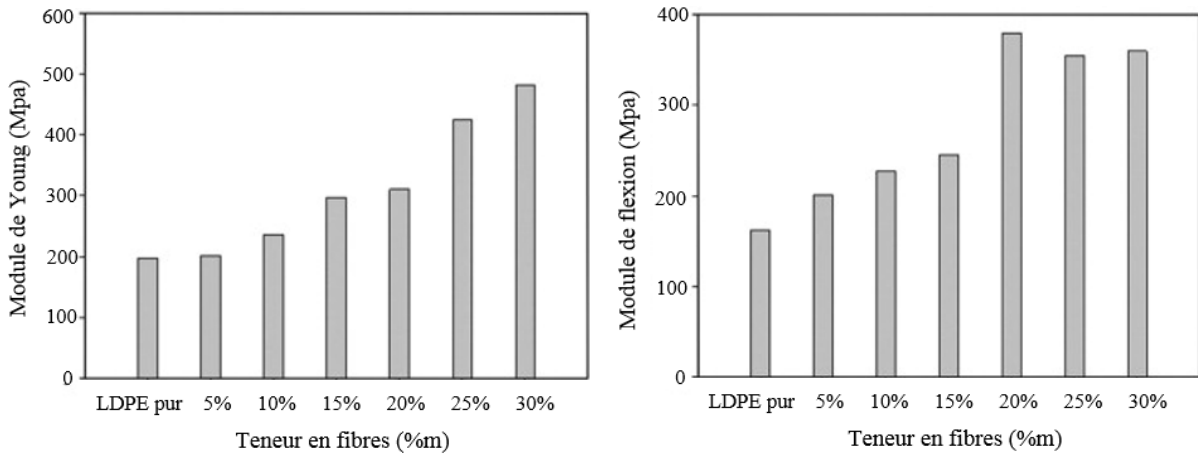


Figure II-8 : Module de Young et module de flexion d'un composite PEBD/Doum traité de 0-30 %m [35].

Une analyse thermique a permis d'évaluer les propriétés thermiques, d'après les résultats obtenus, une légère diminution est remarquée avec l'augmentation du taux de charge en fibre, ce dernier influe considérablement sur la cristallinité et la fusion des composites [36].

F. Zbidi et al. ont étudié l'influence du traitement alcalin à différentes concentrations en NaOH de 1 N à 3 N ainsi que celle du traitement enzymatique sur la morphologie, les propriétés mécaniques des fibres de palmier Doum, la compatibilité fibre/matrice ainsi que la résistance mécanique du composite. Ensuite, la topographie de surface des fibres a été caractérisée par le MEB, les images obtenues montrent que le traitement alcalin donne des fibres poreuses alors que le traitement biologique donne des surfaces lisses. Les résultats confirment que les deux traitements éliminent les impuretés résiduelles des fibres et influencent leurs propriétés. Les essais de traction sur les fibres de palmier Doum révèlent que les propriétés mécaniques des fibres atteignent leur optimum pour une concentration de 1,5 N au-delà de laquelle elles se dégradent progressivement jusqu'à leur minimum. Le traitement biologique des fibres des tiges foliaires n'améliore pas les propriétés mécaniques, mais il donne le meilleur rapport de résistance spécifique à la traction. Par conséquent, une fibre plus résistante avec une faible densité est fournie. Cette étude a montré l'intérêt de la fibre de palmier Doum comme étant un facteur attractif d'agent de renforcement pour la production de composites. Les composites en question sont constitués de fibres de palmier Doum comme renfort de matrices en époxy. Les propriétés de flexion dépendent de la concentration de la solution aqueuse. Ils ont remarqué que les composites traités à la soude ont donné lieu à des propriétés de flexion supérieures à celles des composites non traités [37].

Tableau II-1 : Propriétés de traction des fibres de Doum [37].

Fibres	Module de traction moyen E (GPa)	Limite d'élasticité moyenne (MPa)	Allongement à la rupture moyen (%)	Limite d'élasticité spécifique (MPa/(g cm ⁻³))	Module de Young spécifique (GPa/(g cm ⁻³))
Non traitée	5.76 ±1.35	149.72 ±34.25	3.19 ±0.38	118.82	4.57
Traitée à 1 N	6.12 ±1.23	168.04 ±16.89	4.46 ±0.94	130.26	4.74
Traitée à 1.5 N	7.49 ±1.24	212.82 ±33.23	4.81 ±0.55	164.97	5.80
Traitée à 2.5 N	5.65 ±1.70	183.16 ±31.87	3.89 ±0.85	141.98	4.31
Traitée à 3N	5.75 ±2.52	100.55 ±19.94	2.52 ±0.39	76.17	4.35
Traitée enzymatique	5.36 ±0.79	142.96 ±31.05	3.30 ±0.79	216.60	8.12

II.4 Incorporation des fibres de Diss dans les matériaux composites

Les fibres naturelles provenant du secteur forestier ou agricole sont considérées aujourd'hui comme une alternative intéressante aux fibres classiques (amiante, verre, carbone et aramide). A cet effet, des efforts considérables sont réalisés par les chercheurs afin de développer des matériaux composites à fibres naturelles. Parmi les fibres utilisées nous avons le Diss.

Dans une autre étude, Sellami et al. ont étudié l'effet de différents traitements appliqués aux fibres de *Ampélodesmos Mauritanicus* (Diss) sur leur cinétique d'absorption en eau (Figure II-9). Pour se faire, quatre types de traitement ont été effectués : traitement thermique par ébullition des fibres avec lavage à l'eau, traitement par ébullition des fibres sans lavage, traitement par séchage des fibres à 50°C sans ébullition et le traitement par l'huile de lin [38].

Les résultats indiquent que le traitement des fibres par ébullition ou par séchage n'a aucun effet sur la diminution de la capacité d'absorption de l'eau des fibres puisque ces dernières ont atteint 100% d'absorption après 60 min d'immersion dans l'eau. Par contre, le traitement des fibres avec l'huile de lin a réduit significativement le coefficient d'absorption des fibres ; ce qui confirme, selon l'auteur, la capacité d'étanchéification de la fibre traitée à l'huile [38].

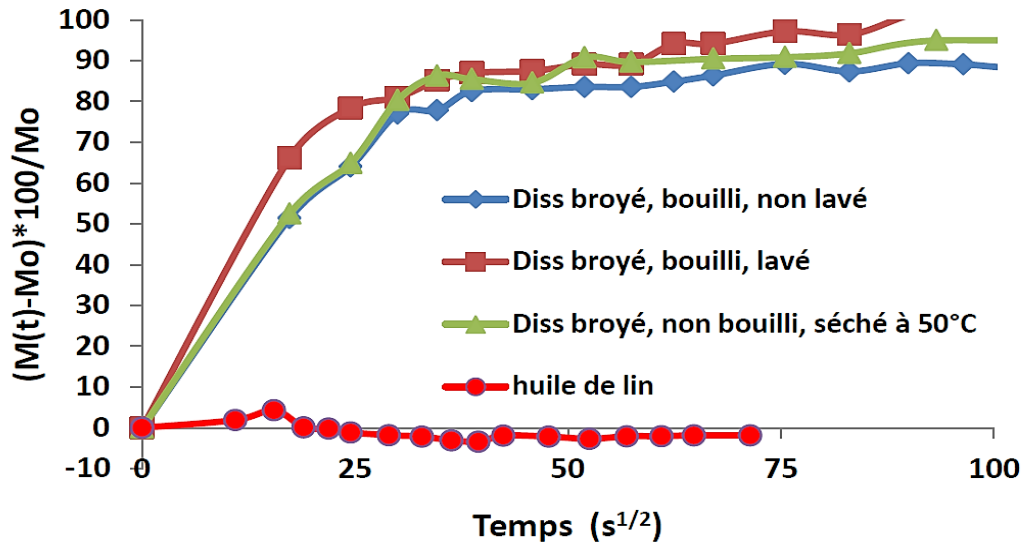


Figure II-9 : Taux d'absorption en eau des fibres de Diss [37].

Enfin, F. Luzi et al. ont mené une recherche sur la revalorisation du Diss. Ces fibres sont classées comme matériaux botaniques propices à l'extraction de nano-cristaux de cellulose (NCC). Deux étapes de prétraitement différentes ont été effectuées pour extraire les NCC des tiges d'Amplodesmos Mauritanicus et la procédure d'hydrolyse acide suivante a permis d'extraire/obtenir des NCC en suspension aqueuse. Les effets des deux différents prétraitements, basés essentiellement sur des traitements chimiques ou enzymatiques ont été étudiés en profondeur et les propriétés ont été comparées. La microscopie électronique à balayage à émission de champ, l'analyse thermogravimétrique, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier et la diffraction des rayons X ont été envisagées pour la caractérisation de la matière première, des tiges de Diss traitées chimiquement ou enzymatiquement et des NCC extraits de la cellulose prétraitée à la fois chimiquement et enzymatiquement. L'étude morphologique des fibres traitées a montré que les deux traitements ont contribué à la réduction de la taille du diamètre des fibres et que, en combinaison avec le traitement acide, ils ont permis d'extraire les NCC à l'échelle nanométrique. Les résultats des mesures de diffraction par rayons X ont montré la présence, dans le cas de NCC extraits de fibres traitées enzymatiquement, de pics supplémentaires bien définis, par rapport aux NCC extraits de fibres traitées chimiquement, ceci est attribué à la formation de nouveaux domaines cristallins provenant de la dégradation enzymatique de la cellulose I. Les NCC C ont une taille réduite par rapport aux NCC E, en particulier les NCC C ont montré des valeurs moyennes de diamètre et de longueur inférieures par rapport aux NCC E. Les résultats indiquent que l'utilisation du Diss, à savoir une matière première attrayante qui peut pousser sur des terres moins fertiles ou marginales, nécessitant une

gestion modeste des parasites et des maladies, peut être exploitée dans divers domaines où des produits à haute valeur ajoutée sont demandés [30].

II.5 Conclusion

Dans cette partie, les études réalisées par les chercheurs ont montré que l'utilisation des fibres naturelles comme agents de renforcement dans les matériaux composites est très efficace pour améliorer leurs propriétés mécaniques. Ces composites s'avèrent très peu coûteux et possèdent un poids global léger.

Le traitement des fibres est nécessaire en vue d'améliorer la durabilité des matériaux composites obtenus. Parmi ces traitements, nous avons le traitement alcalin qui est très efficace pour modifier la surface de la fibre. Cela conduit à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice. Les études ont montré que l'ajout des fibres naturelles traitées aux matériaux composites améliore les propriétés mécaniques de celui-ci plus que les fibres non traitées.

L'incorporation de ces fibres naturelles à une matrice peut être limitée. Les propriétés des composites renforcées par ces fibres augmente avec le taux des fibres jusqu'à une certaine valeur au-delà de laquelle elles diminuent.

Finalement, nous remarquons que les fibres Alfa sont généralement incorporées aux matrices polymériques, tandis que les fibres de Doum et de Diss sont plus souvent utilisées comme renforts dans les matrices cimentaires.

Chapitre 3 :

Partie expérimentale

III.1 Introduction

L'objectif de cette étude est la caractérisation mécanique, optique et par ultrasons d'un nouveau matériau composite à base d'époxyde renforcé par des fibres courtes d'Alfa. Ce biocomposite aura une proportion de 20% massique en renfort. Dans ce travail, l'élaboration du composite a été effectuée au sein du laboratoire des sciences et génie des matériaux LSGM/USTHB et au sein de l'atelier de structure et composite de la compagnie aérienne Air Algérie par le procédé RTM [39].

Dans un premier temps, nous allons présenter les matériaux utilisés dans notre étude (la matrice, le durcisseur et les fibres Alfa) et les protocoles de prétraitement et de traitement effectués.

Ensuite, nous allons présenter la méthode d'élaboration du matériau composite et les méthodes de caractérisation qui ont été utilisés.

III.2 Matériaux utilisés**III.2.1 La matrice**

La matrice utilisée lors de cette étude est une résine thermodurcissable d'époxyde de la marque commerciale EPOCAST 50-A1, fabriquée par la compagnie HUNTSMAN (Huntsman Advanced Materials Americas Inc, Los Angeles, CA, États-Unis). Cette résine est destinée à la stratification due à sa bonne mouillabilité des renforts. Les principales caractéristiques de la résine sont regroupées dans le tableau III-1 [39].

Tableau III-1 : les propriétés de la résine époxy utilisée [39].

	Unité	Valeur
Densité	(g/cm ³)	2
Coefficient de dilatation thermique	(K ⁻¹)	35
Résistance en compression	(MPa)	140
Module d'élasticité en compression	(MPa)	11000-11500
Résistance en flexion	(MPa)	110
Retrait linéaire	(%)	0.05

Chapitre 3 : Partie expérimentale

L'appellation « résines époxydes » peut être attribué à la résine de base ou aux produits finaux durcis avec différentes familles de durcisseurs.

D'autres part, les différentes familles disponibles commercialement permettent d'ajuster les conditions de mise en œuvre (durée de vie du mélange et cycle du moulage).

Afin d'accélérer la polymérisation de la résine (monomères époxydes), un produit additif de réticulation est nécessaire pour la faire durcir. En effet, l'époxy se présente sous forme de deux composants A et B : Résine (A) et Durcisseur (B). Le durcisseur utilisé est de référence HARDENER 946 [39].



Figure III-1 : Résine (EPOCAST 50-A1) et durcisseur (HARDENER 946) [38].

III.2.2 Les fibres Alfa

Le renfort utilisé dans notre recherche pour la fabrication du matériau composite est « les fibres courtes d'Alfa ». Ces fibres sont des très répandues sur le plateau méditerranéen. Elles poussent sur des milliers d'hectares en Algérie. Dans notre cas, les fibres ont été récoltées dans la wilaya de Djelfa [39].

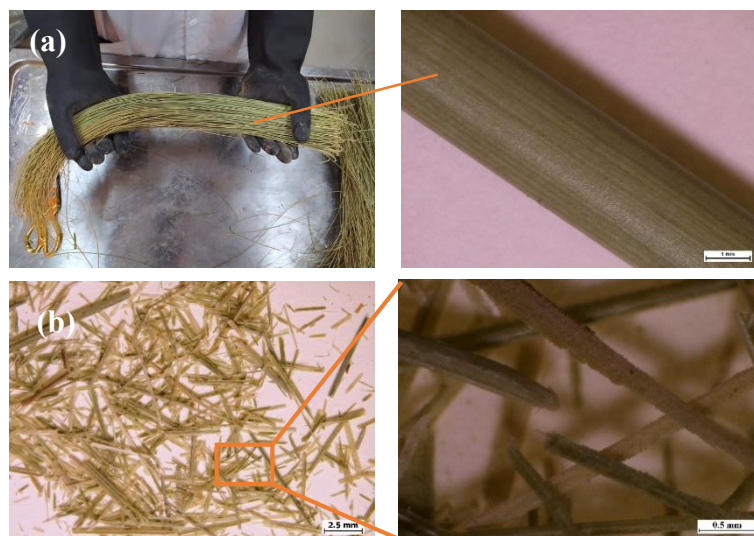


Figure III-2 : Préparation des fibres, (a) Découpage des tiges (~ 300 mm), (b) Broyage.

III.3 Préparation des fibres et traitements chimiques

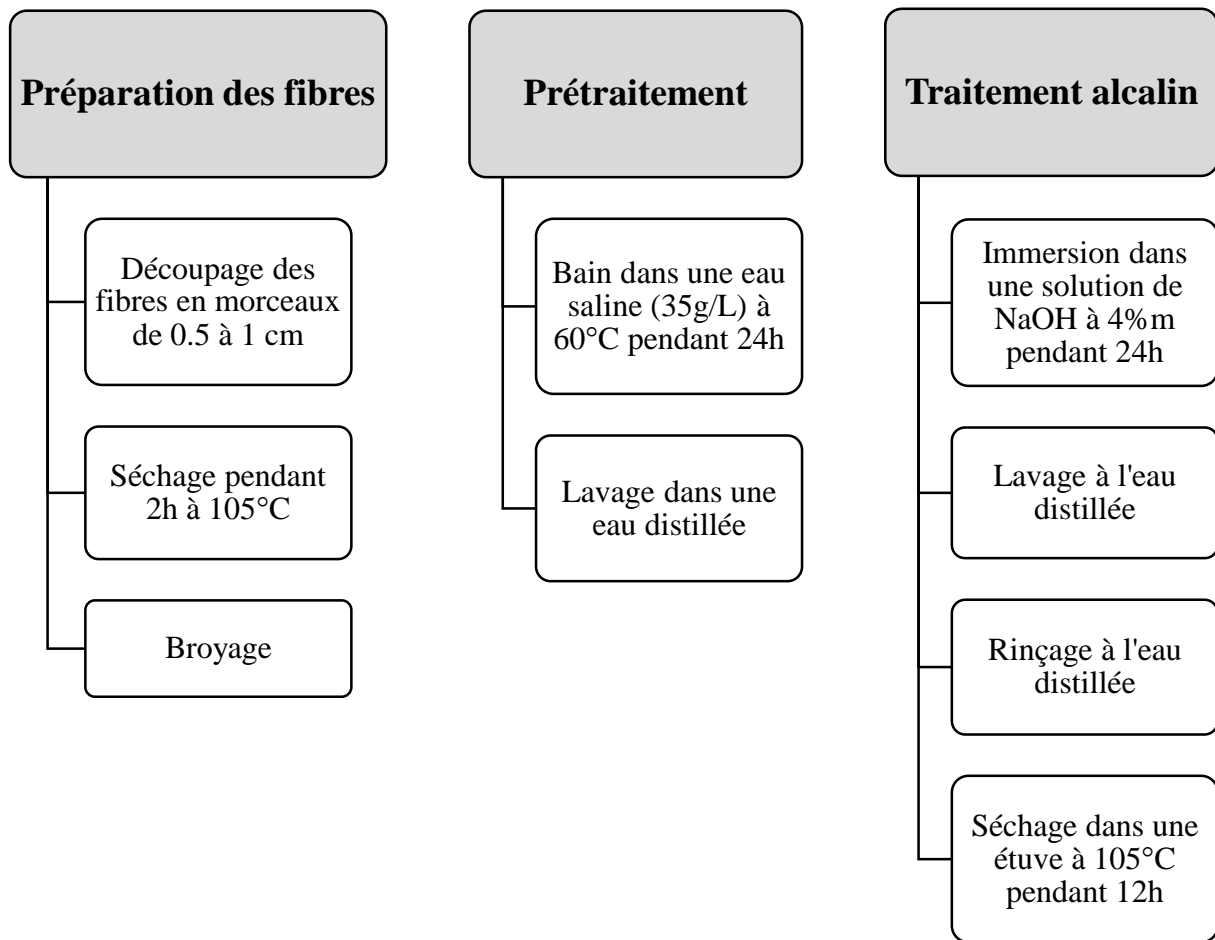


Figure III-3 : Organigramme du traitement des fibres.

- Tout d'abord, 5 kg de fibres Alfa ont été découpées en petit morceau de 0,5 à 1 cm. Pour faciliter le broyage des fibres, elles ont été séchées pendant 2 h à 105 C.
- Après cela, un broyage des fibres a été effectué jusqu'à ce qu'elles deviennent très courtes (longueur demandée $\leq 160 \mu\text{m}$) et cela grâce au moulin à café.
- Vu que la plante Alfa est constituée d'hémicellulose et de pectine, le problème d'adhérence avec la matrice se pose. Aussi, pour qu'elle adhère mieux, un traitement de la fibre s'est avéré nécessaire.
- Le traitement choisi est le traitement alcalin à base de 4% de NaOH. Pour cela, les fibres ont été immergées dans l'eau saline (35 g/l) à une température de 60°C pendant 24 h.
- Les fibres ont par la suite été lavées avec de l'eau distillée et mises ensuite dans une solution à 4 % de NaOH à température ambiante pendant 24 h.
- Les fibres sont encore une fois lavées plusieurs fois avec de l'eau distillée.
- Finalement, elles sont séchées dans une étuve pendant 12 h à une température de 105°C.

III.4 Conception et réalisation du moule

Pour la réalisation des éprouvettes biocomposites, un moule et un contre moule ont été conçus et ajustés avec précision en alliage d'aluminium (voir Figure III-4). Le moule réalisé permet d'obtenir un bon état de surface et des cycles courts et ce, avec des formes et dimensions des éprouvettes spécifiques aux essais mécaniques.

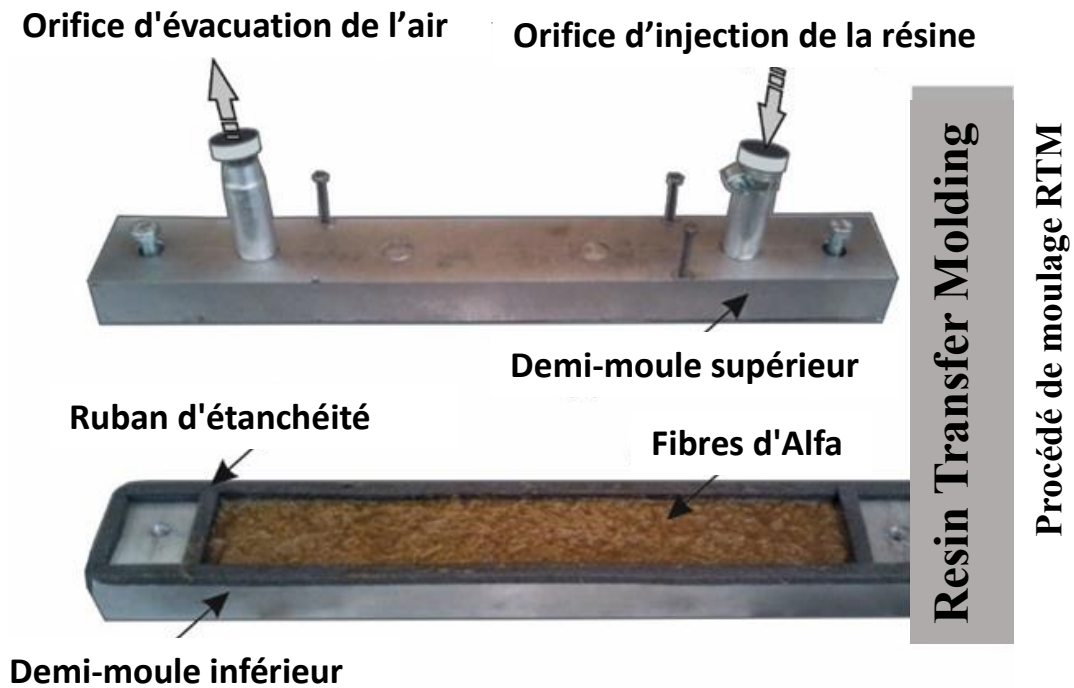


Figure III-4 : Moule d'élaboration [38].

III.5 Mise en œuvre des plaques composites à fibres naturelles

Plusieurs méthodes de moulage liquide des therm durcissables sont basées sur l'injection de la résine à l'intérieur d'un moule. Les éprouvettes en composite époxy/Alfa ont été élaborés par le procédé de moulage à basse pression RTM (Resin Transfer Molding). L'imprégnation des fibres durant l'injection peut être aidée par la mise sous vide du moule. Cela a nécessité la mise en place d'un certain nombre d'équipements pour son élaboration. La Figure III-5 montre les différents éléments constituant le dispositif de mise en œuvre par RTM.

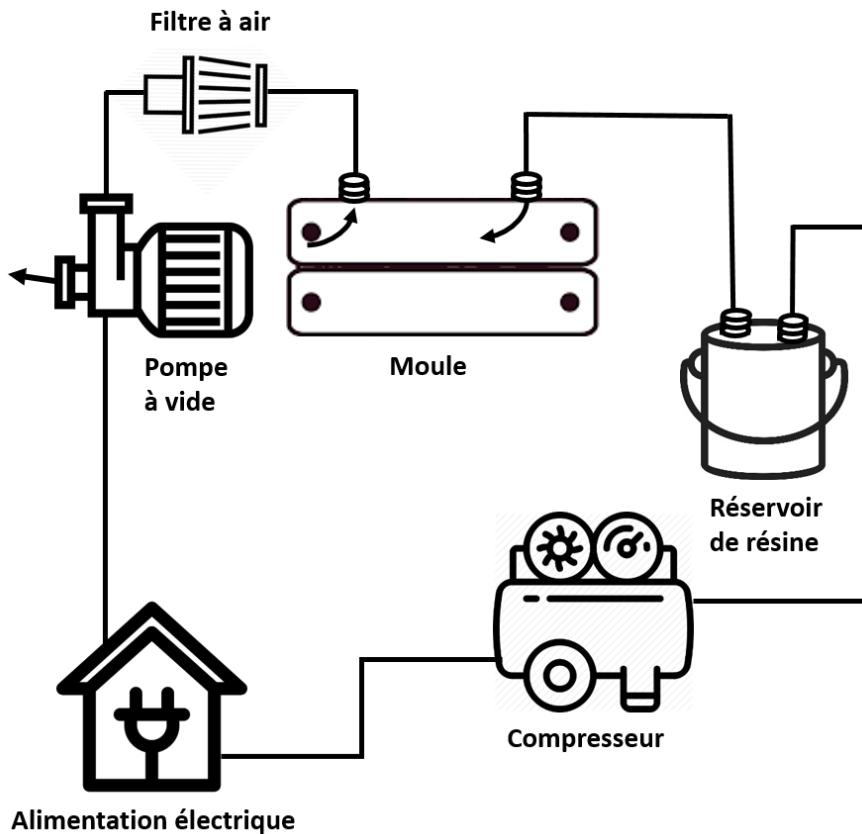


Figure III-5 : Schéma du dispositif RTM.

Les étapes de réalisation des éprouvettes composites par le procédé RTM, ont été exécutés comme suit :

- 1^{ère} étape : Etalage de l'agent de démoulage (huile) sur toute l'empreinte du moule.
- 2^{ème} étape : Répartition des fibres Alfa sur toute la surface intérieure du moule.
- 3^{ème} étape : Fermeture du moule et serrage moyen de la partie supérieure sur la partie inférieure du moule à l'aide des goujons de serrage.
- 4^{ème} étape : Connexion des trois conduites, compresseur/réservoir, réservoir/moule, moule/pompe à vide puis on place le témoin de remplissage.
- 5^{ème} étape : Réglage de la pression à 6 bar.
- 6^{ème} étape : Préparation du mélange.
- 7^{ème} étape : Remplissage du réservoir avec le mélange résine-durcisseur.
- 8^{ème} étape : Activation de la pompe à vide pendant 4 minutes.
- 9^{ème} étape : Fermeture du robinet communiquant moule/pompe à vide.
- 10^{ème} étape : Injection du mélange résine-durcisseur dans l'empreinte sur les fibres jusqu'au remplissage total (trou d'évent) en enclenchant le dispositif de compression.

11^{ème} étape : Débranchement du câble d'alimentation de résistance électrique après 15min de l'injection

12^{ème} étape : Ouverture du moule et démoulage de la plaque après polymérisation.

Remarque : le circuit d'injection doit être nettoyé après chaque opération d'injection à l'aide d'un diluant et sous compression d'air, car si la résine reste sur le matériel, le circuit d'injection va être endommagé.

III.6 Découpage et préparation des échantillons

Avant l'analyse microstructurale, les échantillons sont préparés en utilisant des techniques métallographiques classiques (découpage puis polissage).

En premier lieu, les plaques composites sont découpées selon les normes des essais mécaniques par une scie automatique (x, y) de marque AbrasiMatic 300 présentée dans la figure III-6.

Remarque : l'utilisation de lubrifiants est nécessaire pour réduire l'effet thermique du découpage.

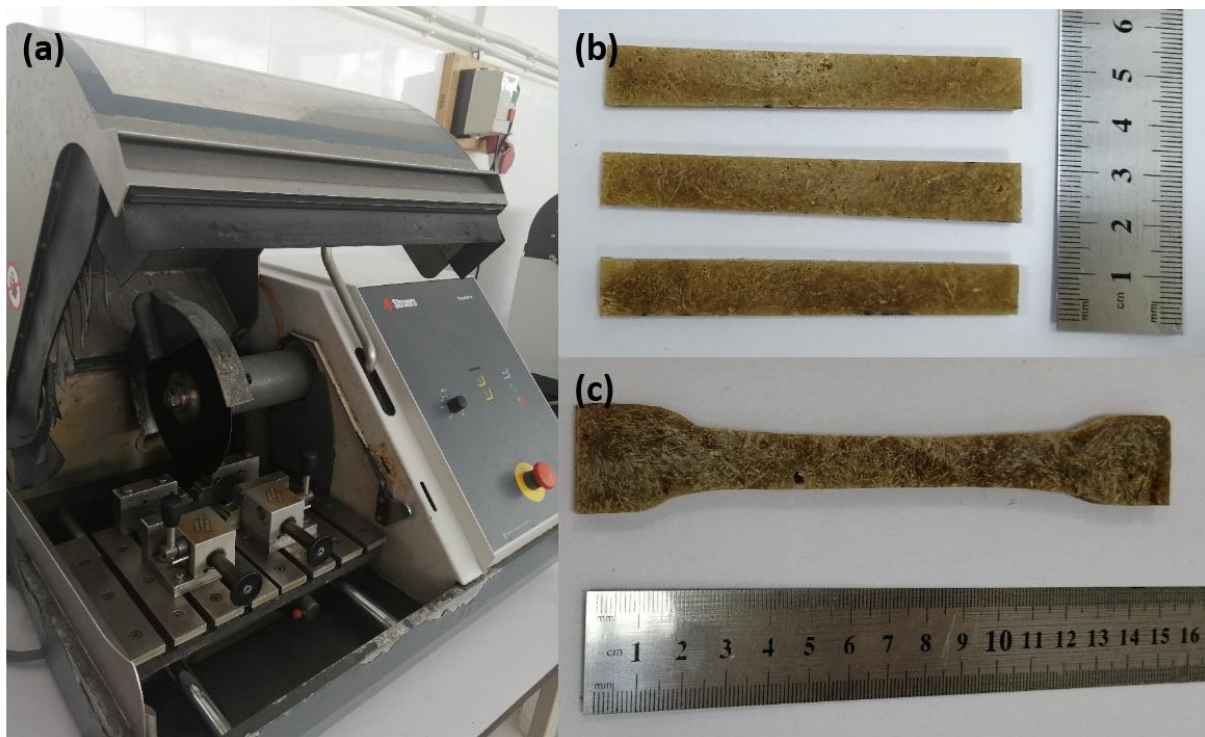


Figure III-6 : (a) Scie automatique AbrasiMatic 300, (b) Eprouvettes de flexion, (c) Eprouvettes de traction.

En second lieu, nous avons procédé à un traitement de polissage mécanique qui consiste à rendre les surfaces des échantillons planes, brillantes et sans aucune rayure. Cette opération s'effectue en deux étapes principales dans les conditions métallographiques standard. La

première étape consiste à polir grossièrement la surface sur des papiers émeris en rotation, à pouvoirs abrasifs décroissants en présence d'eau. La densité granulométrique des papiers utilisés est de 400, 600, 800, 1000, 1200. La seconde étape consiste à finir le polissage en appliquant la pièce sur des feutres en rotation imbibés d'une suspension d'alumine dont les particules ont une taille de l'ordre de 0,3 à 1 μm .

III.7 Caractérisation mécanique

III.7.1 Essai de traction

Les grandeurs normalisées, comme la contrainte à rupture, la contrainte maximale, la limite d'élasticité, etc. peuvent être mesurées par des essais de traction directs et indirects. La manière la plus précise, la plus fondamentale et la plus simple reste l'application directe de la contrainte de traction uniaxiale [40]. Nous donnons ici tout d'abord la description générale d'une machine de traction, puis des éléments concernant les éprouvettes, les mesures de déformation et de charge appliquée [41].

Une machine de traction est constituée d'un bâti portant une traverse mobile. L'éprouvette de traction, vissée ou enserrée entre des mors, selon sa géométrie, est amarrée à sa partie inférieure à la base de la machine et à sa partie supérieure à la traverse mobile (dans le cas d'une machine mécanique) ou au vérin de traction (dans le cas d'une machine hydraulique). Le déplacement de la traverse vers le haut réalise la traction. Une machine de traction comporte une cellule de charge, qui permet de mesurer l'effort appliqué à l'éprouvette et le déplacement de l'éprouvette peut être suivi de diverses façons. Les dispositifs expérimentaux sont généralement asservis et peuvent être pilotés à vitesse de montée en charge, à charge constante, à vitesse de déformation constante, etc. selon ce qui peut être proposé par le système de pilotage [41].

La machine de traction utilisée est la MTS E45, elle est munie d'une cellule de charge de 10 KN. Lors de l'essai de traction, un extensomètre à couteaux mesure l'allongement des trois échantillons. L'acquisition des données est réalisée par un logiciel de MTS TestSuite TW. La Figure III-7 présente la machine d'essai.

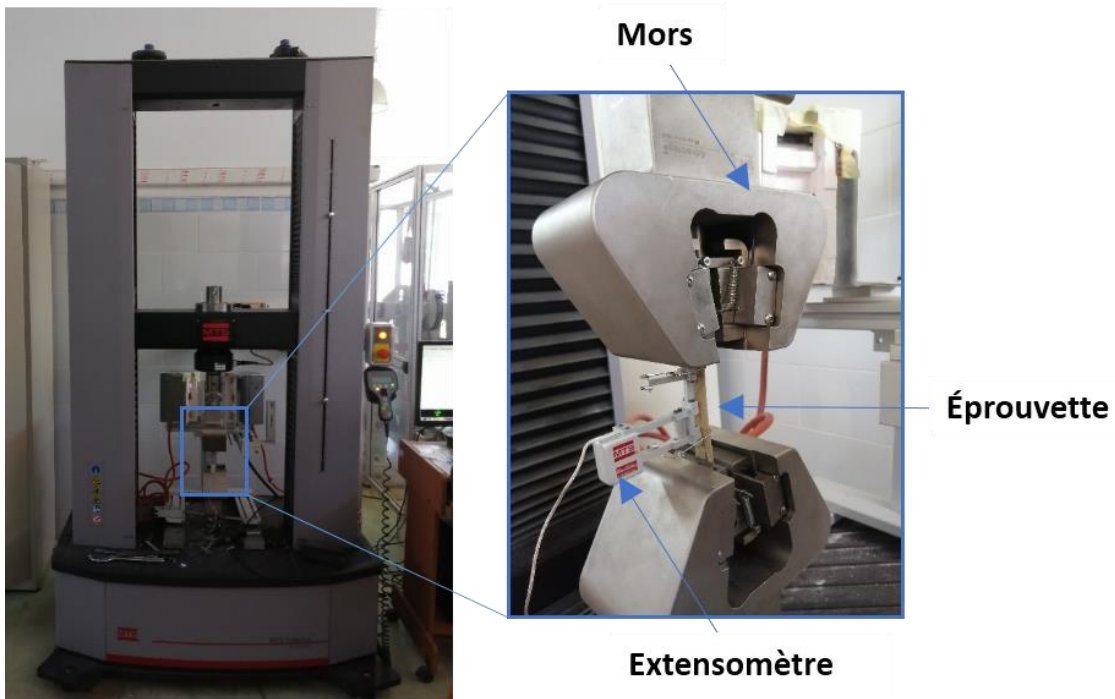


Figure III-7 : Machine de traction MTS.

Les dimensions et la géométrie des éprouvettes découpées vont être évaluées selon la norme ISO 3167. Les dimensions caractéristiques sont données dans la Figure III-8.

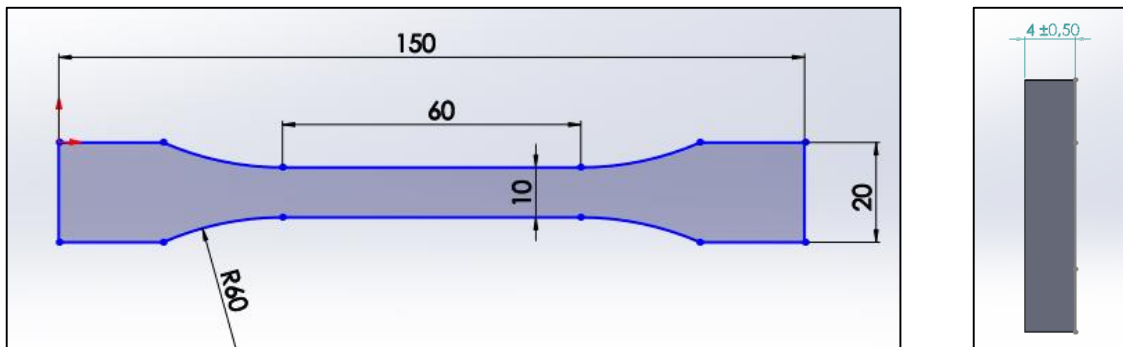


Figure III-8 : Dimension de l'éprouvette de traction.

Les propriétés mécaniques que l'on peut tirer de cet essai sont déterminés par les lois suivantes :

$$\sigma = E * \varepsilon \qquad \sigma = F/S \qquad \varepsilon = \Delta L/L$$

Avec : ε : déformation

ΔL : l'allongement (mm)

L : longueur initiale de l'éprouvette (mm)

F et S sont respectivement la charge et la section de l'éprouvette.

III.7.2 Essai de flexion

Le type d'essai le plus employé pour déterminer les caractéristiques mécaniques et le comportement des matériaux composites est en fait la flexion. Ce choix correspond souvent aux sollicitations auxquelles sont soumises les pièces réelles, mais offre surtout l'avantage de diminuer considérablement les difficultés de réalisation de l'essai par l'utilisation d'éprouvettes simples sans avoir la difficulté du collage des étalons ni le problème rencontré lors du serrage des mors dans le cas des essais de traction. De plus, selon que l'opérateur travaillera en flexion 3 points ou 4 points et, suivant la distance entre appuis, il pourra privilégier un mode de rupture en traction-compression ou en cisaillement.

L'essai de flexion est un test mécanique qui fait partie de la famille des essais indépendants du temps comme le choc et la dureté. Il consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface [10].

La plupart des machines de flexion sont aujourd'hui dites universelles (traction, flexion, compression, fluage...), il suffit juste de changer les mors de la machine pour effectuer le test voulu.

- **Mise en place des éprouvettes**

Les éprouvettes sont placées sur un disque équipant la machine d'essais de flexion 3 point INSTRON SATEC UTM (Figure III-9). La distance entre appuis est choisie selon la norme EN ISO 14125. Tous les essais sont réalisés dans les mêmes conditions : nombre d'éprouvette (quatre), température d'essai (ambiante), vitesse (2 mm/min).

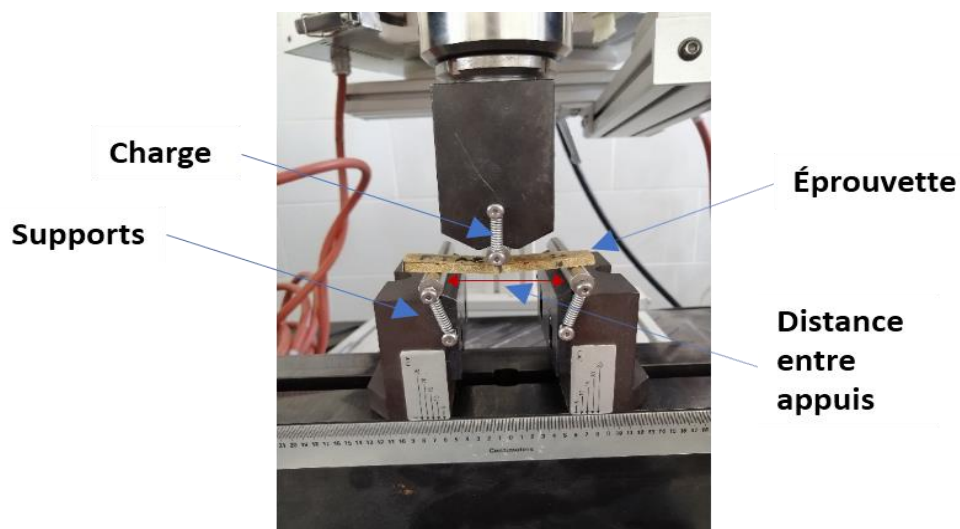


Figure III-9 : Mise en place des éprouvettes pour l'essai de flexion 3 points.

Chapitre 3 : Partie expérimentale

L'étude se fait suivant la norme EN ISO 14125. Les dimensions des éprouvettes sont indiquées dans la figure suivante :

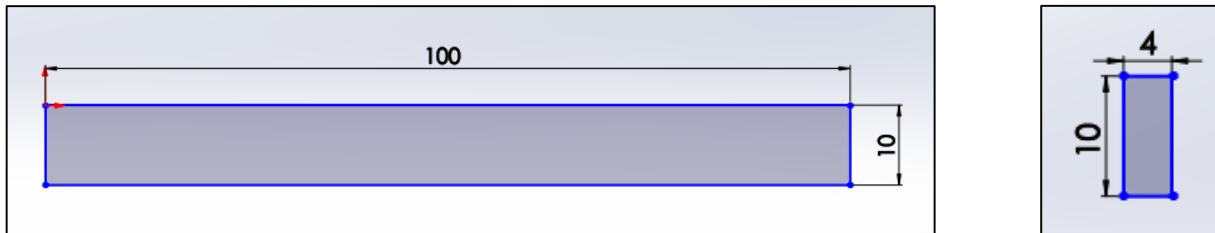


Figure III-10 : Dimension de l'éprouvette de flexion.

Les propriétés mécaniques (la contrainte à la rupture et le module de flexion) sont déterminées par les formules suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3 F L}{2 b h^2} \qquad E_f = \frac{L^3 \Delta F}{4 b h^3 \Delta Y}$$

Où :

F : la force (N),

L : la longueur entre appuis (mm),

b et h sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette (mm),

σ_f : la contrainte à la rupture (MPa),

E_f : le module de flexion (GPa).

III.7.3 Caractérisation mécanique par ultrasons

Le contrôle non destructif par ultrasons, également connu sous le nom de CND par ultrasons, est une méthode de caractérisation de l'épaisseur ou de la structure interne d'une pièce d'essai par l'utilisation d'ondes sonores à haute fréquence. Les fréquences, ou hauteurs de son, utilisées pour les tests par ultrasons sont plusieurs fois supérieures à la limite de l'audition humaine, le plus souvent dans la gamme de 500 KHz à 20 MHz.

Dans les applications industrielles, le test par ultrasons est largement utilisé sur les métaux, les plastiques, les composites et les céramiques. Les seuls matériaux d'ingénierie courants qui ne se prêtent pas aux tests par ultrasons avec des équipements conventionnels sont les produits en bois et en papier. La technologie des ultrasons est également largement utilisée dans le domaine biomédical pour l'imagerie diagnostique et la recherche médicale [42].

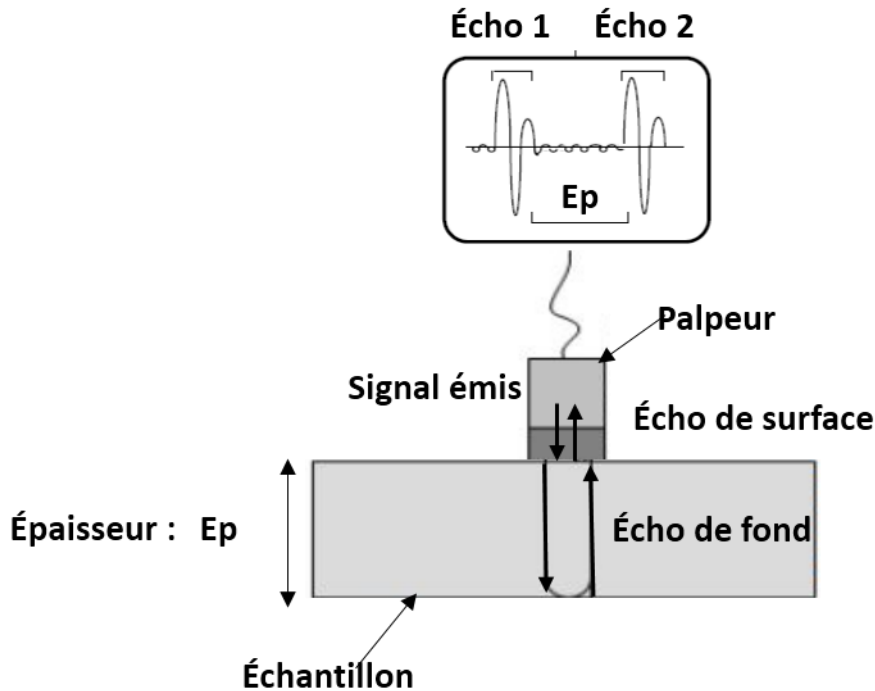


Figure III-11 : Schéma du CND par ultrasons [42].

Dans les tests par ultrasons, un palpeur d'ultrasons connecté à une machine de diagnostic est passé sur l'objet à inspecter. Le palpeur est généralement séparé de l'objet testé par un coupleur (comme l'huile) ou par de l'eau, comme dans les tests d'immersion.

Il existe deux méthodes pour recevoir la forme d'onde ultrasonore, la réflexion et l'atténuation.

En mode réflexion (ou écho d'impulsion), le palpeur effectue à la fois l'envoi et la réception des ondes émises, le " signal " étant renvoyé à l'appareil. Les ultrasons réfléchis proviennent d'une interface, telle que la paroi arrière de l'objet ou d'une imperfection de l'objet. L'appareil de diagnostic affiche ces résultats sous la forme d'un signal dont l'amplitude représente l'intensité de la réflexion et la distance, représentant le temps d'arrivée de la réflexion.

En mode d'atténuation (ou de transmission), un émetteur envoie des ultrasons à travers une surface, et un récepteur séparé détecte la quantité qui l'a atteint sur une autre surface après avoir traversé le milieu. Les imperfections ou autres conditions dans l'espace entre l'émetteur et le récepteur réduisent la quantité de son transmis, révélant ainsi leur présence. L'utilisation du coupleur augmente l'efficacité du processus en réduisant les pertes d'énergie des ondes ultrasonores dues à la séparation entre les surfaces [42].

- **Détermination du module de Young**

Les vitesses de propagation des ondes ultrasonores longitudinales (VL) et transversales (VT), en m/s, sont liées aux caractéristiques du matériau par les relations suivantes :

$$V_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}}$$

$$V_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}}$$

Avec E : module d'Young (Pa).

ν : coefficient de poisson (sans dimension).

ρ : masse volumique (Kg/m³).

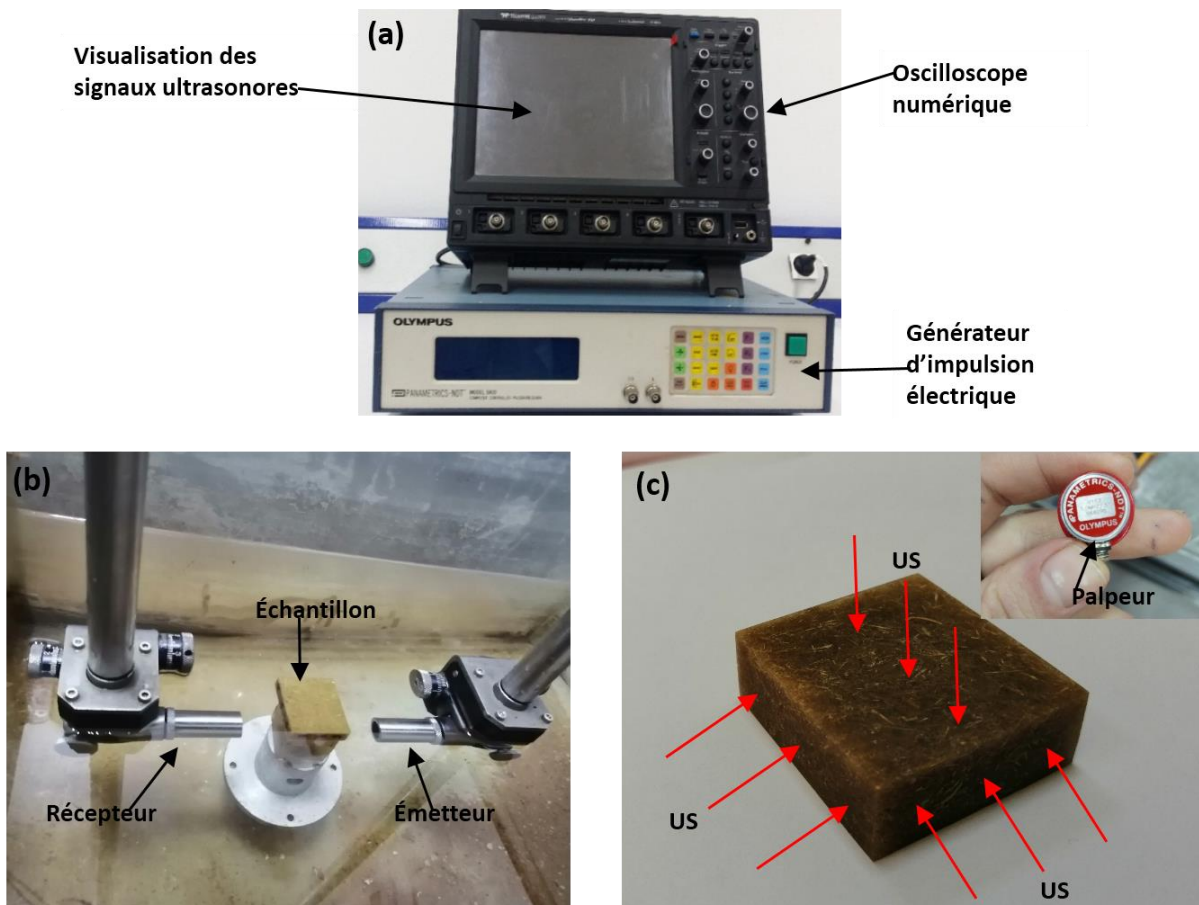


Figure III-12 : Mesure des propriétés mécaniques par ultrasons : (a) Equipement, (b) Mesure par immersion (c) et par contact.

III.8 Caractérisation microstructural

III.8.1 Le microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Elle permet de visualiser d'éventuelles modifications à la surface des fibres, ainsi que d'évaluer la qualité de l'adhésion fibre/matrice au niveau de la zone de fracture des composites. Le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules qui sont analysées par différents détecteurs permettant ainsi de reconstruire une image virtuelle de l'objet observé par MEB en trois dimensions de la surface [10].

Deux types d'électrons sont réémis et analysés :

- **Les électrons rétrodiffusés** : ils sont caractérisés à la sortie de l'échantillon par une énergie cinétique élevée, et une bonne sensibilité à la composition chimique.
- **Les électrons secondaires** : ils sont caractérisés à la sortie de l'échantillon par une faible énergie cinétique, et une information topographique de l'échantillon.

Le microscope électronique à balayage (MEB) est essentiellement composé d'un canon à électrons et d'une colonne électronique dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon, d'une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les 3 directions et de détecteurs permettant de détecter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon [39].

Pour étudier la morphologie des fibres et celle de la surface des échantillons ainsi que la compatibilité fibre/résine, un microscope électronique à balayage ZEISS Sigma 300 VP (Carl Zeiss, Oberkochen, Allemagne) a été utilisé (Figure III-13).

Remarque : sachant que les échantillons ne sont pas conducteurs, il faut donc appliquer un traitement de métallisation avec un spray de carbone (Graphite Aerosol), ce revêtement facilite l'évacuation des charges électriques lors de l'observation.

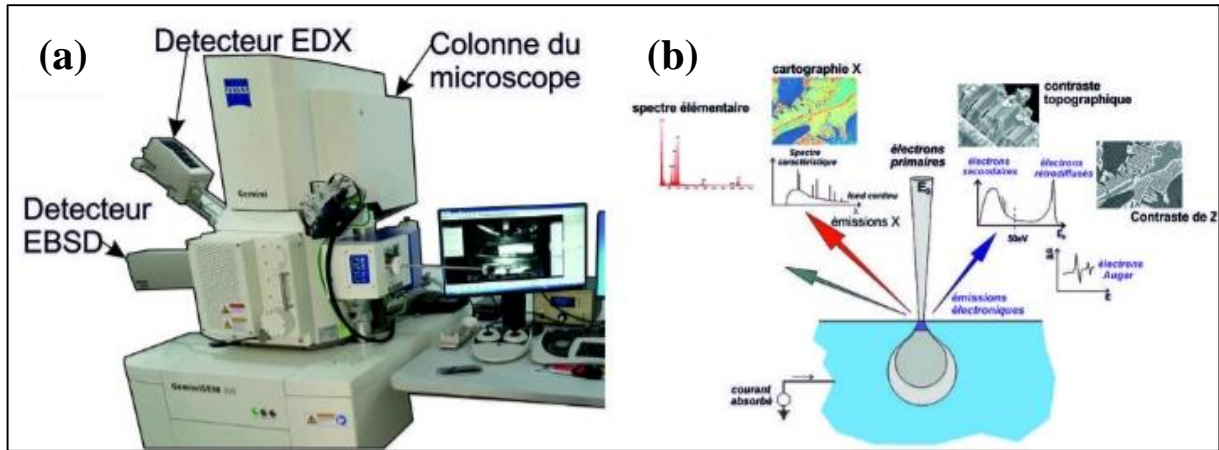


Figure III-13 : (a) Microscope MEB de type ZEISS Sigma 300 et (b) interaction électron matière.

III.8.2 Microscopie Optique (MO)

L'analyse microstructurale, l'épaisseur du dépôt, la porosité et le taux de renfort sont déterminés à partir des clichés obtenus au niveau du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) par deux microscopes optiques : Nikon ECLIPSE LV100ND (Figure III-14 (a)) qui permet l'observation des échantillons, avec un grossissement qui varie de x10 à x1500. Ce microscope s'accompagne d'un appareil photo et d'un ordinateur permettant l'acquisition et le traitement des images et un microscope stéréoscopique (Figure III-14 (b)) Nikon modèle SMZ745.

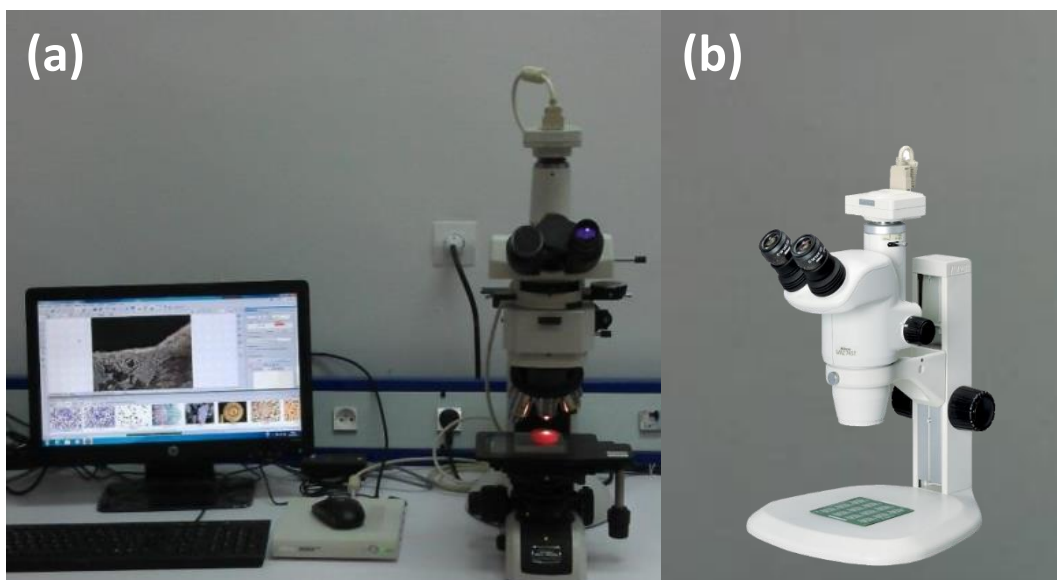


Figure III-14 : Microscopes optiques : (a) Nikon ECLIPSE LV100ND , (b) Nikon SMZ745 .

III.8.3 Analyse d'image

La fraction volumique des fibres, leur longueur ainsi que leur taux de porosité ont été déterminés à l'aide du logiciel d'analyse d'images "ImageJ".

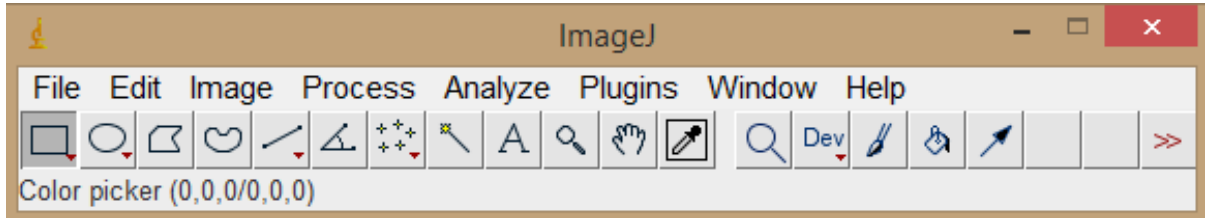


Figure III-15 : Interface du logiciel ImageJ.

La technique d'analyse d'image est basée sur la méthode du seuillage des couleurs pour séparer les différents composants de l'échantillon et les pores. Le logiciel passe par l'étape du seuillage pour transformer l'image couleur en mode binaire. Certaines étapes nécessitent des corrections à l'aide du traitement d'image pour éliminer leurs défauts. Ces mesures ont été effectuées sur des échantillons polis en utilisant le microscope optique Nikon SMZ745. Au moins dix images de chaque échantillon ont été prises à différentes positions.

Chapitre 4 :

Résultats et discussions

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons analyser les éprouvettes préparées et utilisées pour effectuer les essais mécaniques et ce, à l'aide du logiciel d'analyse d'image ImageJ. Par la suite, nous allons interpréter les caractéristiques mécaniques résultant de ces essais (traction, flexion et ultrasons), ainsi que les caractérisations morphologiques par les microscope optique et électronique à balayage.

IV.2 Analyse des éprouvettes par ImageJ

IV.2.1 Calcul du taux des fibres

Nous avons utilisé le logiciel ImageJ pour calculer le taux des fibres comme illustré sur la Figure IV-1.

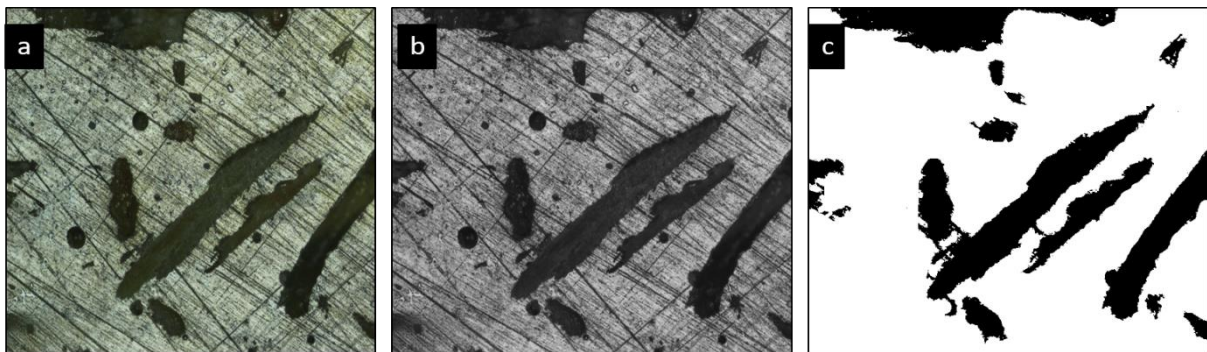


Figure IV-1 : Calcul du taux des fibres. (a) avant traitement, (b) seuillage, (c) après traitement.

Le tableau ci-dessous montre les résultats obtenus.

Tableau IV-1 : Le taux des fibres Alfa.

Le taux des fibres moyen	26,76 %
L'écart type	10,79

Nous observons que le taux des fibres se rapproche de la valeur supposée. Cependant, la distribution des fibres est hétérogène. Ce constat est appuyé par la valeur de l'écart type.

Cette hétérogénéité peut être expliquée par une mauvaise dispersion des fibres au cours de l'élaboration.

IV.2.2 Calcul du taux de porosité

Nous avons utilisé le logiciel ImageJ pour calculer le taux de porosité comme illustré sur la Figure IV-2.

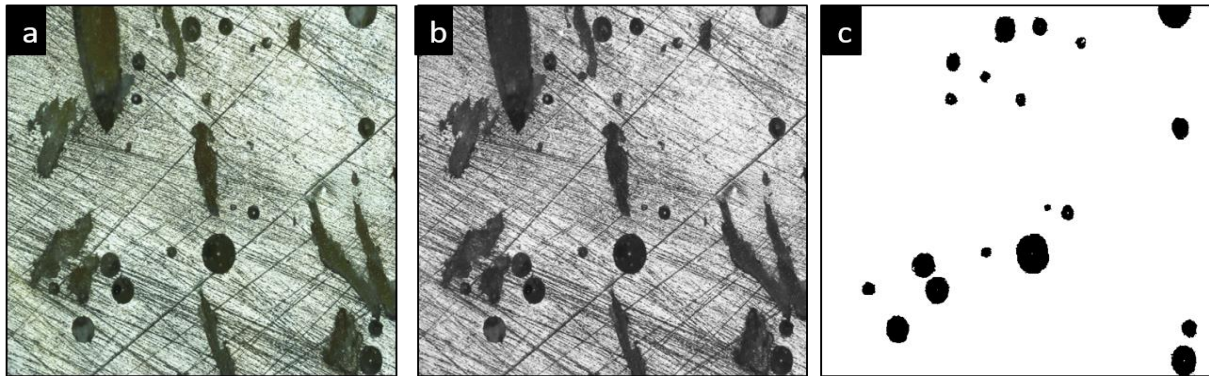


Figure IV-2 : Calcul de la porosité. (a) avant traitement, (b) seuillage, (c) après traitement.

Le tableau ci-dessous montre les résultats obtenus.

Tableau IV-2 : Le taux de porosité dans le composite.

Le taux de porosité moyen	6,06 %
L'écart type	3,6

Le taux de porosité trouvé peut être considéré comme étant normal par rapport à la méthode d'élaboration utilisée. Cependant, la présence de gros pores (1.2 mm) va fortement influencer les caractéristiques mécaniques du composite. Néanmoins, ces pores peuvent être éradiqués en manipulant les paramètres d'élaboration.

IV.3 Caractérisation mécanique

IV.3.1 Essai de traction

L'essai de traction nous permet d'étudier le comportement mécanique du matériau composite. Les éprouvettes avant et après rupture sont présentées sur la Figure IV-3.

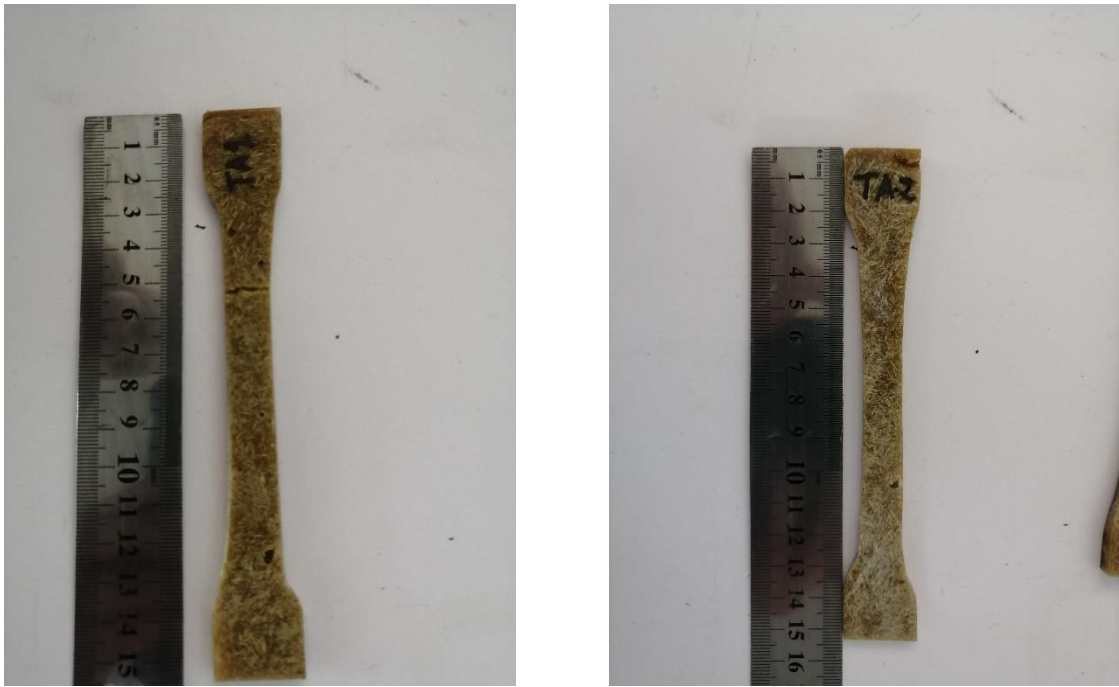


Figure IV-3 : Eprouvettes de traction avant et après rupture.

Les courbes contraintes-déformations enregistrées lors des essais apparaissent sur la figure ci-dessous.

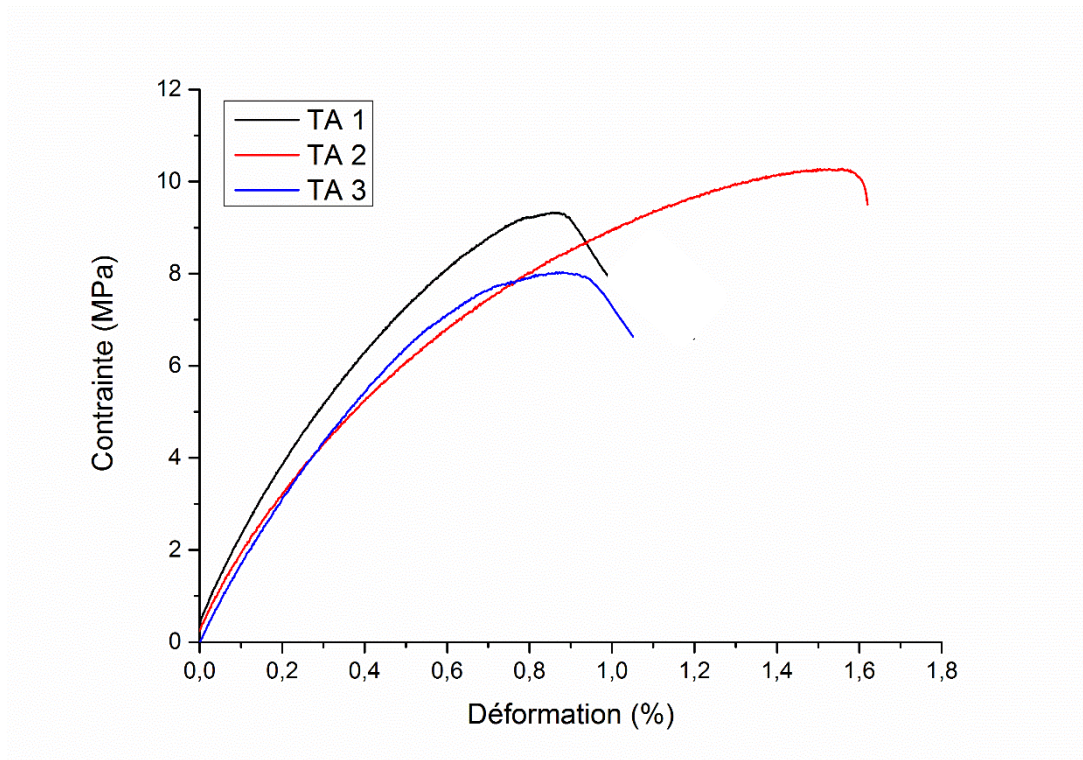


Figure IV-4 : Courbes des essais de traction.

Chapitre 4 : Résultats et discussions

D'après cette figure, nous observons que les courbes qui correspondent aux trois éprouvettes possèdent la même allure mais avec une variation des valeurs obtenues. Aussi, dans la partie élastique de la courbe de traction nous constatons une variation de la pente. En nous approchant de la zone de grande intensité de déformation, nous observons une petite plage où la déformation n'est plus linéaire et cela nous signifie l'entrée dans la zone de déformation plastique. Au-delà de la contrainte maximale nous observons une chute brutale de la courbe due à la rupture des éprouvettes de traction.

Tableau IV-3 : Propriétés mécaniques du composite en traction.

	Module de Young E (GPa)	Contrainte maximale σ_{\max} (MPa)	Allongement à la rupture A(%)
Eprouvette n°1	2,25	9,33	0,99
Eprouvette n°2	2,09	10,29	1,62
Eprouvette n°3	2,13	8,03	1,06
Valeur moyenne	2,16	9,22	1,22

Nous constatons aussi qu'il y a des variations dans l'allongement et la contrainte à la rupture, ce qui explique la variation dans les caractéristiques mécaniques du matériau. Ceci peut être justifié par la distribution hétérogène des contraintes dans chaque éprouvette lors de l'essai de traction, et par la distribution aléatoire de la macroporosité.

Les résultats expérimentaux établis dans d'autres études montrent que l'ajout des fibres à la matrice époxy renforce et augmente ses caractéristiques mécaniques. Alors que d'après les résultats trouvés nous avons constaté une diminution de la résistance en traction de la matrice. Ceci peut être expliqué par :

- Une mauvaise adhérence entre les fibres Alfa et la matrice époxy, ce qui entraîne un arrachement des fibres au lieu d'une rupture.
- Un mauvais traitement chimique appliqué aux fibres et qui a pu les abimer.
- La présence de porosité dans le matériau composite (un très grand nombre de pores a été observé dans le matériau).
- La présence des vides dans la structure des fibres Alfa. Ces vides résultent du lumen (vide) qui se trouve dans la structure des fibres naturelles (Behazin et al., 2017b). Ils peuvent engendrer des trous dans la structure du composite [43].

Néanmoins, les résultats obtenus peuvent être compensés par le faible prix des fibres Alfa qui est de 250 \$/tonnes, soit 9 fois moins cher que les fibres de verre [44]. Ce composite peut

donc être adéquat dans les applications où le prix de revient se doit d'être bas avec de faibles exigences sur le plan mécanique. Il serait aussi intéressant de profiter de ses bonnes propriétés d'isolation thermique, acoustique et électrique.

IV.3.2 Essai de flexion

Un essai de flexion 3 points a été effectué afin de caractériser le comportement mécanique du composite à matrice époxyde renforcés par des fibres courtes Alfa selon le sens longitudinal de l'éprouvette.

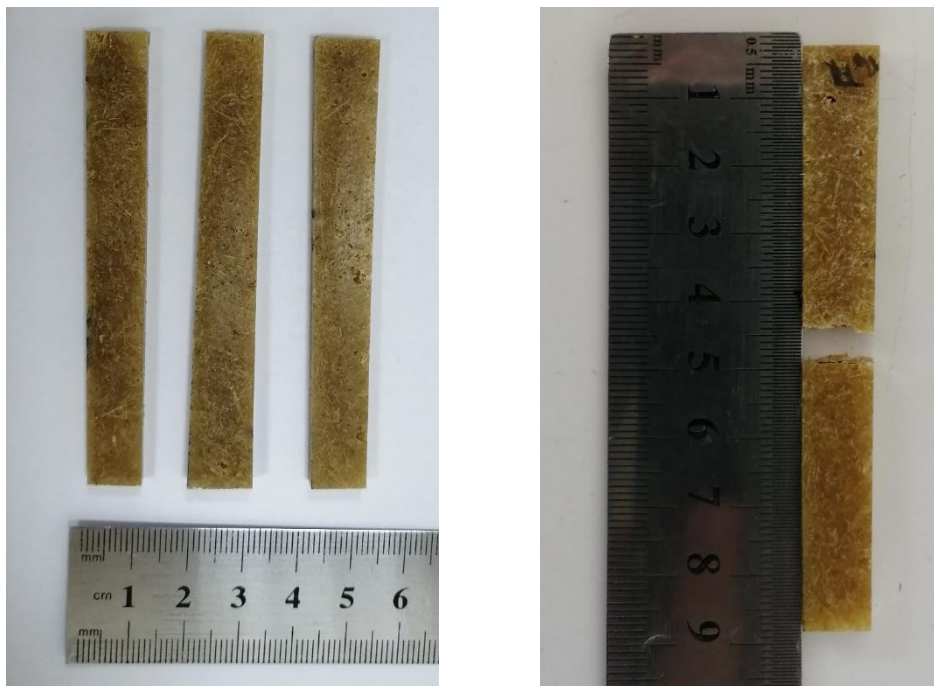


Figure IV-5 : Eprouvettes de flexion avant et après rupture.

La Figure IV-6 présente les courbes du comportement mécanique du matériau composite. Cette dernière décrit l'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la flèche (c'est-à-dire le déplacement vertical du centre de l'éprouvette). Cette évolution se déroule en une phase quasi linéaire, caractérisée par une augmentation linéaire de la contrainte en fonction du déplacement de flexion, jusqu'à une valeur maximale, vient alors une baisse soudaine de la contrainte qui conduit à une rupture brutale de l'éprouvette. Cette rupture est provoquée par la coalescence des fissures menant directement à la ruine des éprouvettes.

Une variation de la pente des courbes de comportement relevées sur ce matériau est observée. Ceci dénote une variation du module d'élasticité en flexion d'une éprouvette à une autre. Ce constat est principalement dû aux défauts d'élaborations de ce biocomposite

Chapitre 4 : Résultats et discussions

(macroporosités principalement) et aussi à la réalisation des éprouvettes (erreurs dans leur dimensionnement).

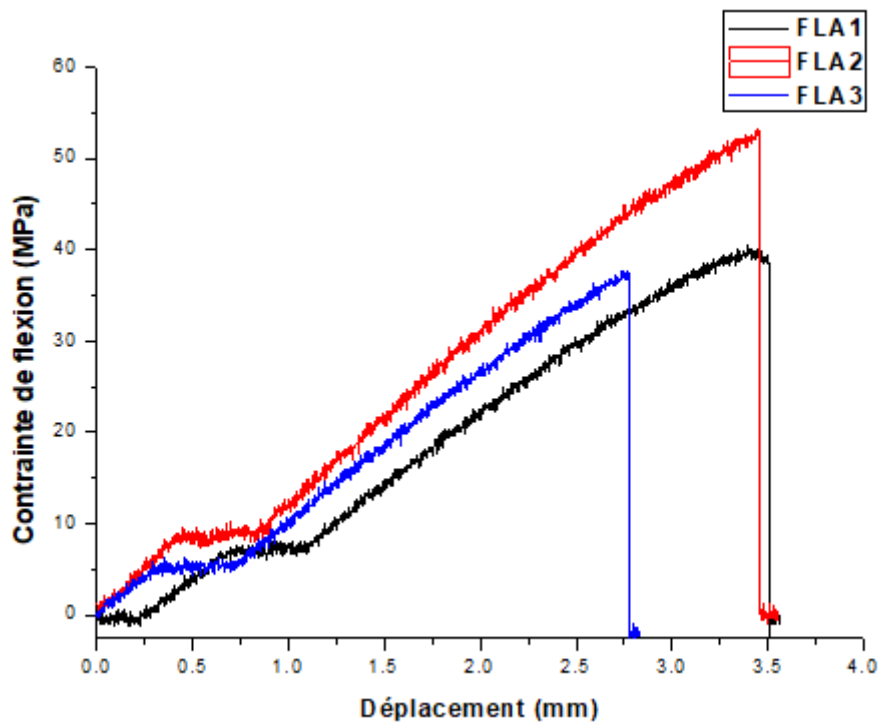


Figure IV-6 : Courbes des essais de flexion.

Les tests effectués sur les éprouvettes dans le sens longitudinal présentent le même comportement mécanique. Ces courbes montrent un comportement pratiquement linéaire et élastique jusqu'à la rupture. Des signes de défaillance sont observés durant la montée en charge qui peuvent être attribués à la machine. Cependant, une légère variation du module de flexion est constatée. Ceci peut être justifié par une hétérogénéité dans l'orientation des fibres dans le composite.

Tableau IV-4 : Propriétés mécaniques du composite en flexion.

	Module de flexion E_f (GPa)	Contrainte maximale σ_{\max} (MPa)
Eprouvette n°2	3,26	49,36
Eprouvette n°3	3,65	60,94
Eprouvette n°4	3,81	50,58
Valeur moyenne	3,57	53,63

IV.3.3 Caractérisation par ultrasons

Afin de confirmer les valeurs des caractéristiques mécaniques obtenues lors de l'essai de traction, une caractérisation par ultrasons a été effectuée. Pour se faire, nous avons opéré les essais en mode réflexion grâce à des palpeurs à ondes longitudinales.

Tableau IV-5 : Résultats de la caractérisation par ultrasons.

Vitesse (m/s)		Module de Young (GPa)	
V₁₁ / OL	2520,03	E₁	3,77
V₂₂ / OL	2354,29	E₂	3,29
V₃₃ / OL	2377,34	E₃	3,35
Valeur moyenne	2417,22	Valeur moyenne	3,47

Le tableau IV-5 montre qu'il y a une légère variation dans les modules de Young dans les trois directions. Ceci est dû à la répartition des fibres. En effet, le composite a été renforcé par des fibres courtes, elles sont par conséquent orientées de manière aléatoire. Il n'y a donc pas de direction privilégiée.

Les résultats du module de Young étaient de 2,16 et 3,47 GPa pour l'essai de traction et par ultrasons respectivement. Il est donc 60 % plus élevé dans le cas des ultrasons par rapport à la traction. Ceci peut être expliqué par le fait que l'essai de traction subit entièrement les défauts de l'éprouvette, en particulier les macroporosités présentes. Cependant, dans la caractérisation par ultrasons, nous pouvons nous exempter de cette contrainte. En effet, les ultrasons peuvent détecter la présence de défauts dans l'échantillon, cela permet de choisir des zones saines qui sont par conséquent plus rigides.

Remarque : l'utilisation des ultrasons pour la détermination des caractéristiques mécaniques des composites à fibres naturelles n'est pas totalement maîtrisée car la distribution des fibres complique la propagation des ondes.

IV.4 Observations au microscope optique

IV.4.1 Observation des éprouvettes

Le microscope optique nous permet d'observer en détail l'état de surface des éprouvettes. La Figure IV-7 nous permet de voir que la disposition des fibres ne suit pas un alignement ordonné mais sont plutôt hétérogènes dans leur sens. Nous remarquons aussi la présence de pores de différentes tailles.

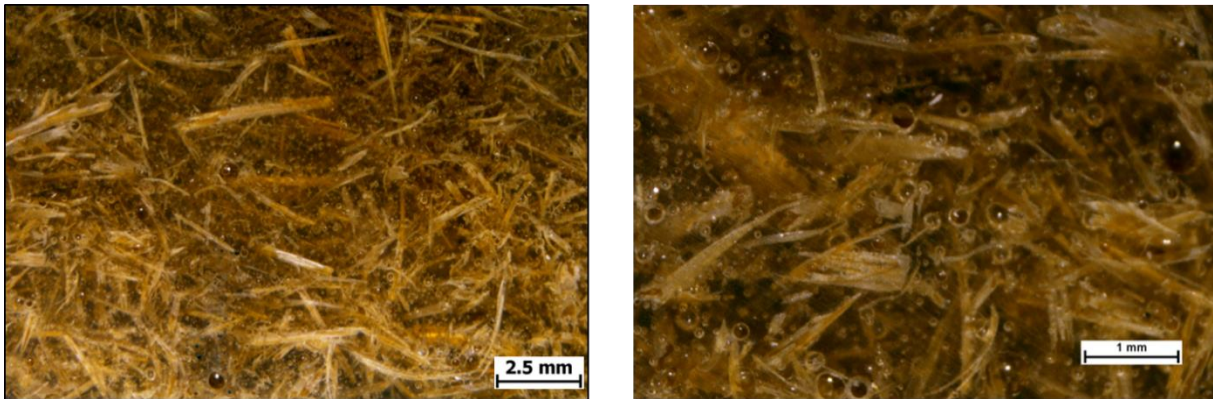


Figure IV-7 : Eprouvette de flexion au MO.

IV.4.2 Observation des faciès de rupture en flexion

La Figure IV-8 présente une éprouvette du composite qui a subi une rupture en flexion. Lors de cette rupture, nous observons des fibres qui sont totalement arrachées, des porosités sur le faciès de rupture et une rupture nette qui est donc fragile.

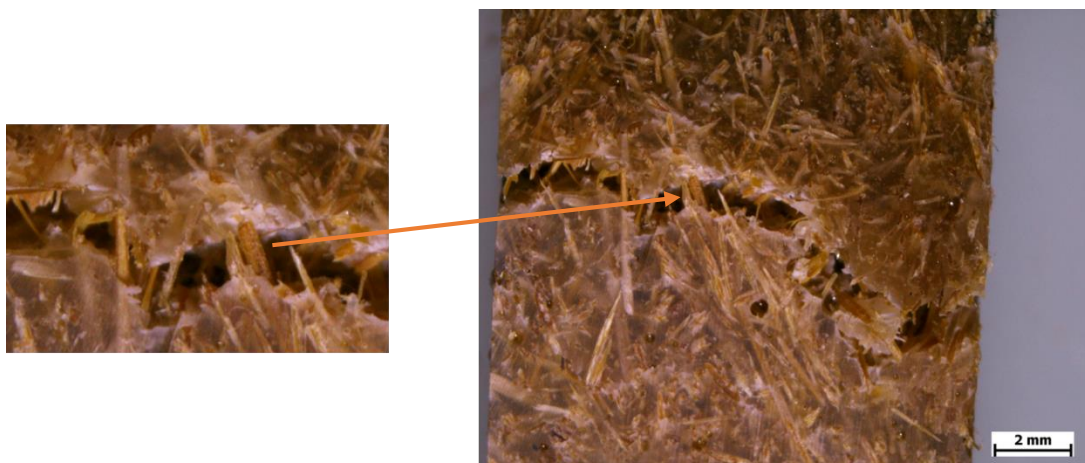


Figure IV-8 : Faciès de rupture en flexion.

Chapitre 4 : Résultats et discussions

L'arrachement des fibres est justifié par un manque d'adhérence entre la fibre Alfa et la matrice époxy, le traitement qu'ont subi les fibres n'était donc pas assez rigoureux ou mérite d'être revu et optimisé. Un bon traitement des fibres aurait pour résultat une bonne adhérence et provoquerait donc une rupture de la fibre et non son arrachement. Cette rupture va donc refléter toute la résistance que possède le bio composite élaboré.

La présence de pores sur l'éprouvette et plus spécifiquement sur le faciès de rupture explique la variation des courbes de traction et de flexion. Ces pores ont des effets néfastes sur les propriétés mécaniques et vont inéluctablement faire baisser la résistance du composite.

IV.5 Observations au MEB

IV.5.1 Observation des fibres Alfa

Dans cette partie, la morphologie de la surface extérieure des fibres Alfa non traitées a été étudié à l'aide du MEB.

Les micrographies de surface extérieure des fibres Alfa non traitées sont illustrées sur la Figure IV-9. On observe que ces fibres présentent une surface qui n'est pas lisse, disposée en un motif en forme de nid d'abeille et complexe avec de nombreux pores et cavités indiquant que les constituants à la surface sont des matériaux amorphes, principalement de l'hémicellulose, de la pectine, de la lignine, des cires et d'autres impuretés.

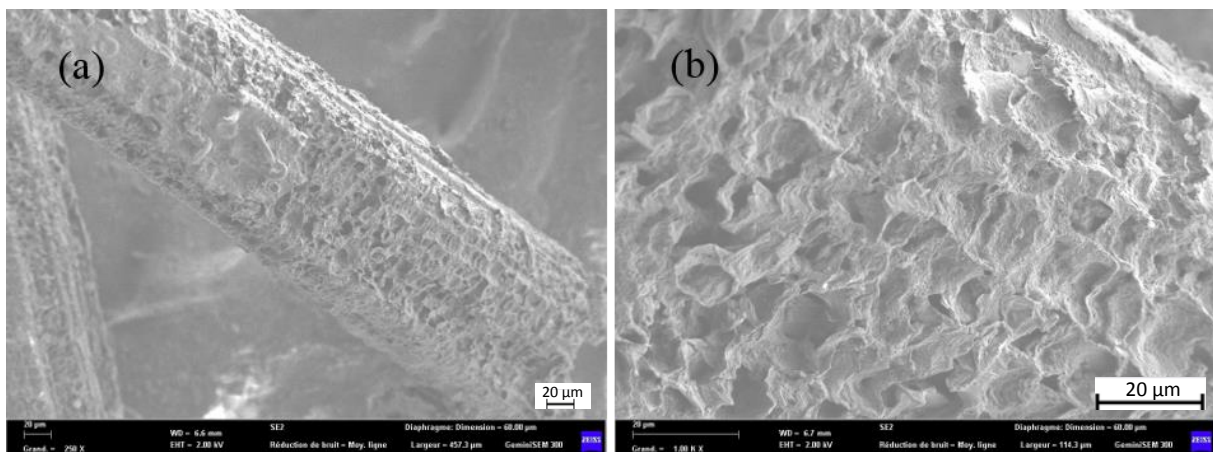


Figure IV-9 : Observations au MEB des fibres Alfa (a) grandissement 250x (b) grandissement 1000x.

IV.5.2 Observation des faciès de rupture en flexion

La Figure IV-10 présente les micrographies de la surface de rupture prise par le MEB et issue d'un échantillon ayant été soumis à un essai de flexion 3 points. Cette figure montre certaines fibres propres sans aucune trace de la matrice sur leur surface, cela montre que l'adhésion entre les fibres et la matrice n'est pas parfaite. On observe aussi la présence de cavités et de pores dans le matériau composite. Une défibrillation des fibres est aussi observée (dans le rectangle en rouge), celle-ci peut être due au problème d'arrachement des fibres à cause de la mauvaise adhésion entre la matrice et les renforts.

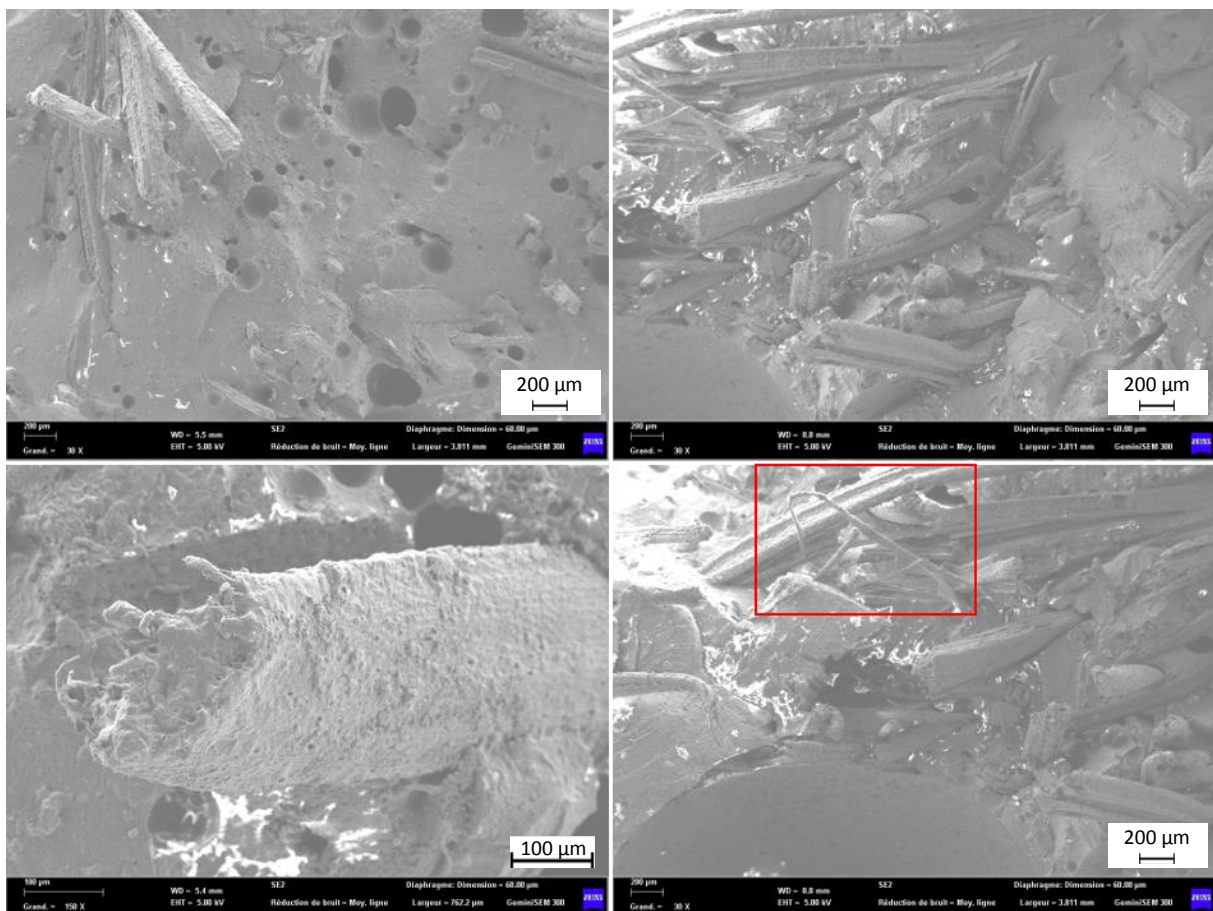


Figure IV-10 : Observations au MEB des faciès de rupture en flexion.

Chapitre 5 :

Modélisation numérique

V.1 Introduction

Récemment, les progrès de la technologie informatique ont permis de calculer et d'analyser les contraintes dans diverses structures d'ingénierie en utilisant la méthode des éléments finis (MEF). L'analyse par éléments finis (MEF) a été introduite pour la première fois en 1956 par Turner et al. Il s'agit d'une méthode de calcul utilisée pour l'approximation de problèmes d'ingénierie complexes du monde réel dans certaines conditions limites. C'est un processus essentiel qui est utilisé dans la conception et la modélisation de la matière d'ingénierie physique (solide, liquide ou gazeuse). La base de la MEF consiste en la décomposition du domaine en un certain nombre de composants pour lesquels la solution approximative méthodique est construite en utilisant des approches résiduelles pondérées. En outre, l'analyse par éléments finis réduit le problème en séparant le domaine en éléments et en partageant la variable non identifiée en fonction des caractéristiques d'approximation présumées dans chaque élément. Ces caractéristiques d'interpolation sont spécifiées en ce qui concerne les variables classées à certains nœuds situés le long de la limite de l'élément. La possibilité de discrétiser le domaine inégal fait de cette approche un outil d'évaluation utile pour le problème des limites à valeur propre. L'analyse par éléments finis est l'outil de calcul le plus fréquemment utilisé pour le contrôle et la modification des structures de conception dans des limites de conception particulières. Elle consiste à diviser la structure en composants minuscules appelés "éléments" pour l'analyse statique et dynamique de structures simples ou complexes sous diverses contraintes de conception [45].

L'utilisation de la MEF comme outil pour traiter les questions de conception dans les applications commerciales est plutôt nouvelle. Au milieu des années 60, l'analyse était effectuée à l'aide de programmes informatiques extrêmement spécialisés, puis des programmes commerciaux ont commencé à voir le jour vers les années 70. Au début, la MEF se limitait au traitement des données dans des ordinateurs coûteux et appartenant aux industries de la défense, de l'aéronautique et du nucléaire. Puis, à la fin des années 70, son utilisation a commencé à s'étendre, de sorte que de plus en plus d'entreprises ont commencé à utiliser la FEM [45].

V.2 Présentation ANSYS

ANSYS est un programme informatique général par éléments finis destiné à résoudre des analyses techniques de structure et de transfert de chaleur. Les capacités de solution d'ANSYS comprennent : analyse statique, élastique, plastique, contrainte thermique, raidissement par contrainte, grandes déflexions, éléments bi-linéaires ; analyse dynamique, modale (fréquences naturelles et formes de mode), réponse harmonique, historique de temps linéaire, historique de

Chapitre 5 : Modélisation numérique

temps non linéaire ; analyse de transfert de chaleur, conduction, convection, rayonnement, couplé à l'écoulement de fluide, couplé à l'écoulement électrique ; sous-structures. Les analyses peuvent être effectuées en une, deux ou trois dimensions, y compris les options d'éléments axisymétriques et harmoniques. ANSYS contient également un ensemble graphique complet et des capacités de pré et post-traitement étendues [46].

Dans ce travail, nous allons utiliser le système de composant « Material Designer » pour définir et modéliser le composite époxy/Alfa, puis utiliser le système d'analyse « Dynamique explicite » pour simuler des essais mécaniques sur le composite préalablement défini.

V.3 Modélisation du composite époxy/Alfa

Dans un premier lieu, nous allons utiliser le composant « Material Designer » dans le Workbench ANSYS. Nous allons définir et introduire les caractéristiques des constituants de le composite dans la base de donnée d'ANSYS « Engineering Data ».

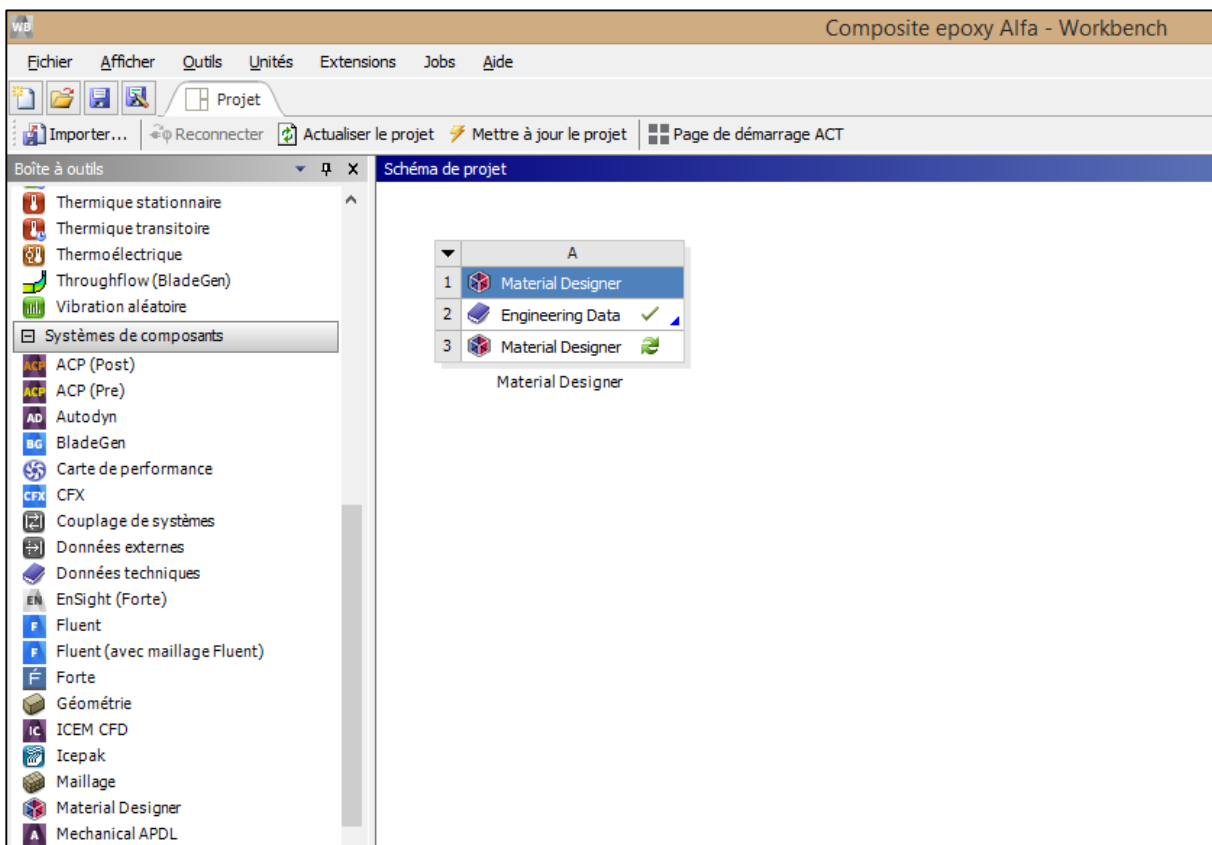


Figure V-1 : Workbench ANSYS.

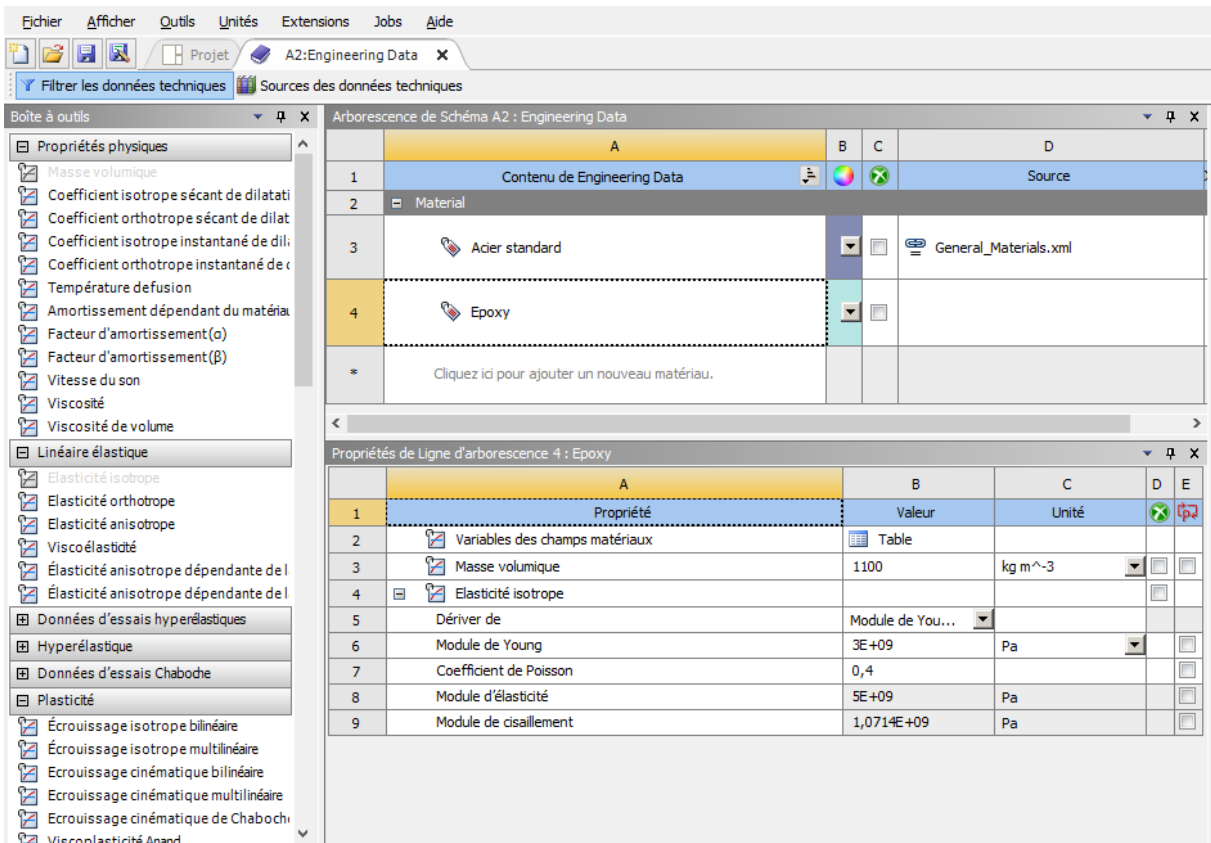


Figure V-2 : Insertion des caractéristiques mécaniques de l'époxy.

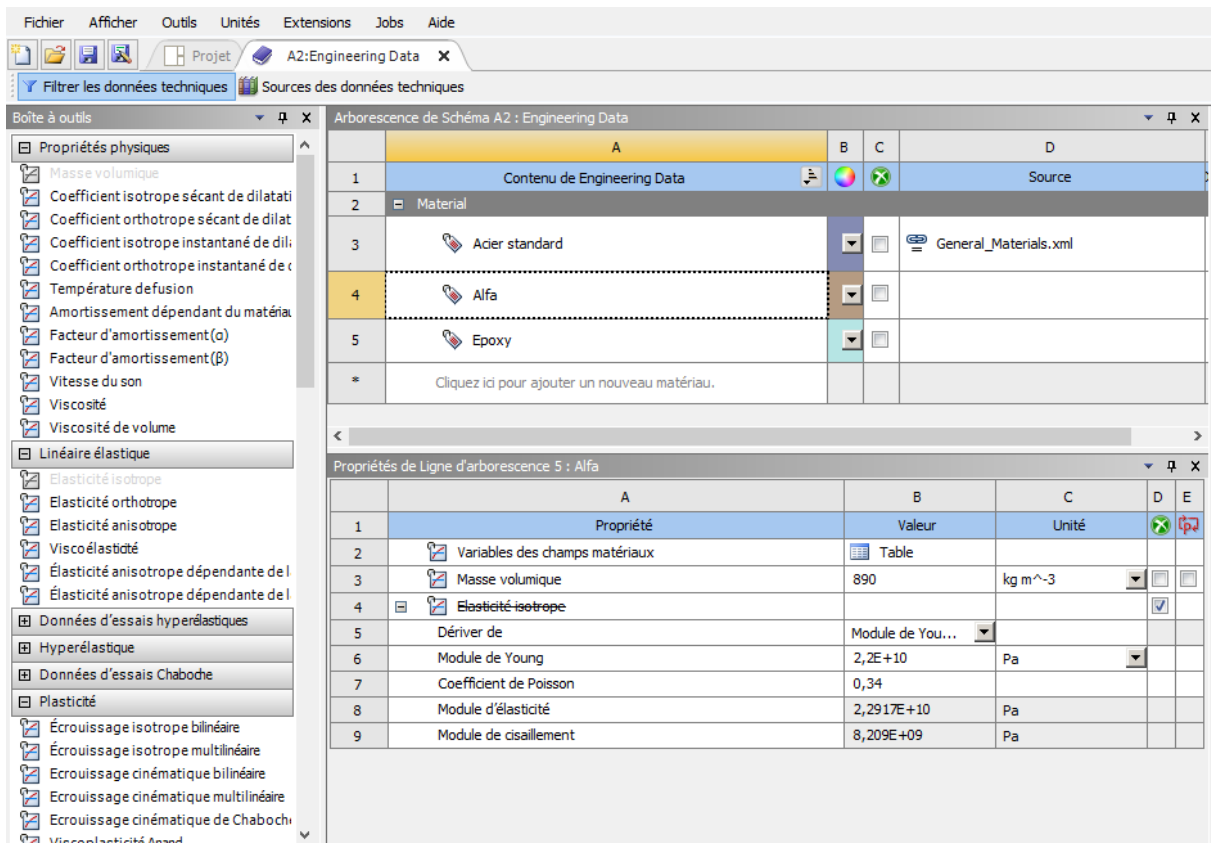


Figure V-3 : Insertion des caractéristiques mécaniques de la fibre Alfa.

Chapitre 5 : Modélisation numérique

Dans un second lieu, nous allons définir les paramètres du composite (disposition des fibres, leur fraction ainsi que leur taille).

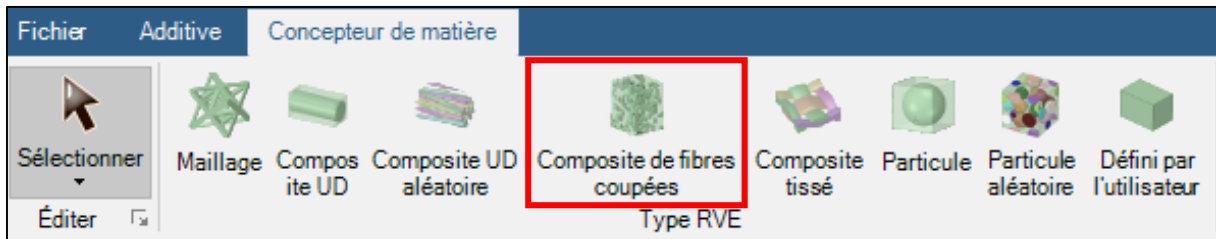


Figure V-4 : Material Designer, disposition des fibres.

Pour déterminer la taille et le diamètre moyen des fibres, nous avons utilisé le logiciel imageJ. Les résultats obtenus nous permettent de définir le diamètre et la taille des fibres à 200 μm et 3 mm respectivement.

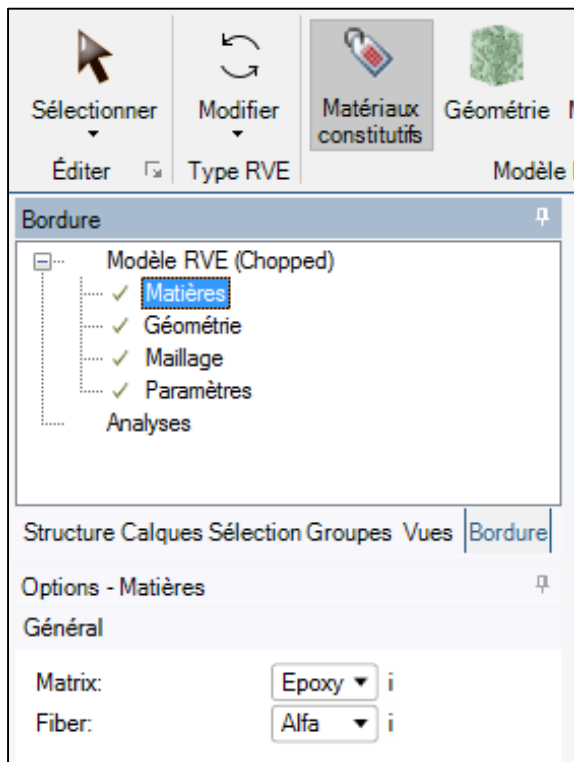


Figure V-5 : Material Designer, constituants du composite.

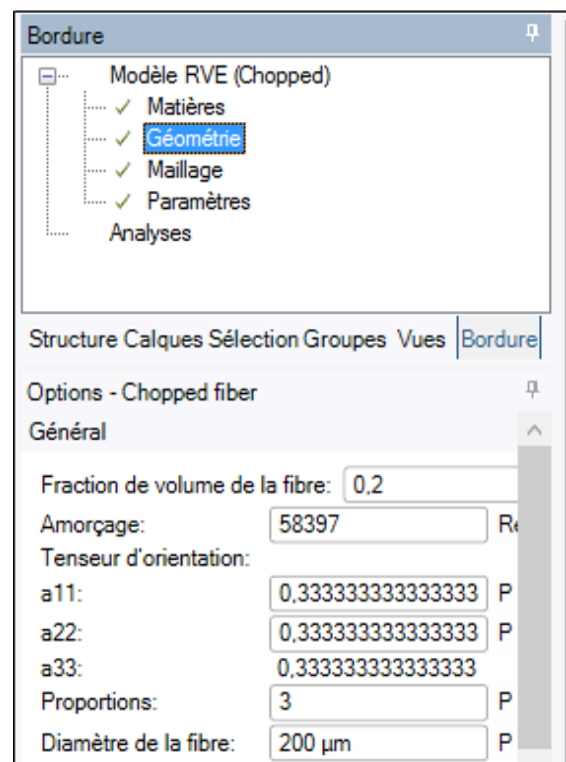


Figure V-6 : Material Designer, géométrie des fibres.

Chapitre 5 : Modélisation numérique

Avant de lancer la modélisation, nous devons générer un maillage aux normes et définir les propriétés du composite que nous voulons déterminer.

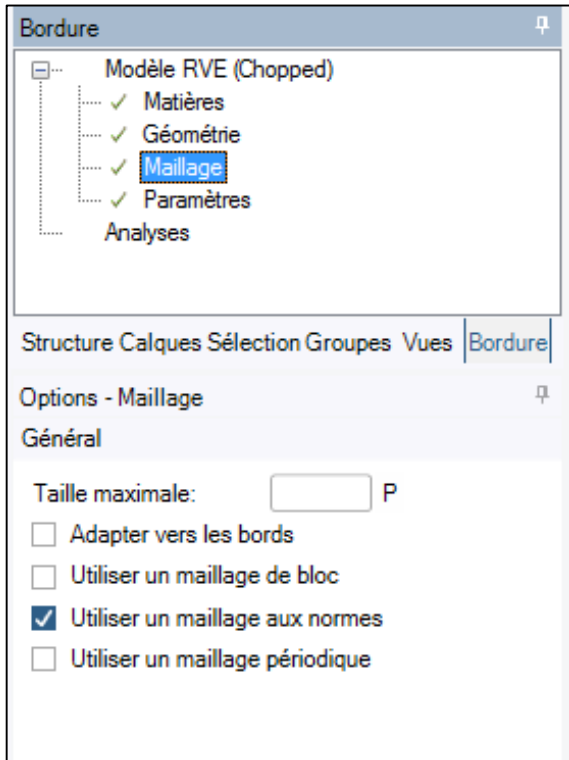


Figure V-7 : Material Designer, maillage.

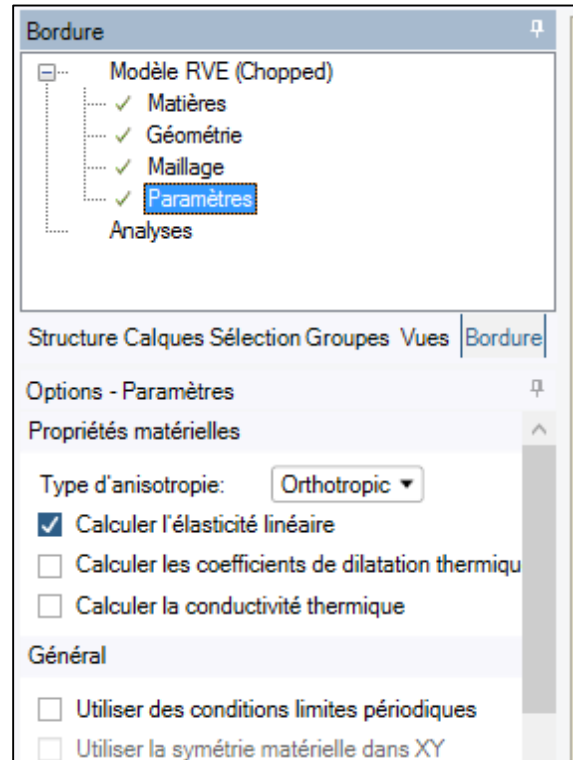


Figure V-8 : Material Designer, paramètres de modélisation.

La figure ci-dessous montre le volume élémentaire du composite modélisé en 3D.



Figure V-9 : Composite époxy/Alfa modélisé.

V.4 Résultats et discussions de la modélisation numérique

La modélisation du matériau biocomposite a été réalisée par la méthode des éléments finis. Une étude a été menée sur la représentation du volume élémentaire du composite en 3D. La Figure V-10 montre les valeurs du module de Young, de cisaillement et du coefficient de Poisson du composite modélisé. Nous remarquons une quasi égalité de chaque caractéristique selon les 3 directions qui est due à l'homogénéité de la taille et la répartition des fibres dans la matrice.

Nom	Valeur	Unité
Constantes d'ingénierie		
E1	4418	MPa
E2	4402,1	MPa
E3	4366,5	MPa
G12	1572	MPa
G23	1563	MPa
G31	1568,5	MPa
nu12	0,37938	
nu13	0,38552	
nu23	0,38566	
Masse volumique		
rho	1,0578E-09	t mm ⁻³

Figure V-10 : Caractéristiques mécaniques du composite époxy/Alfa modélisé.

Dans le chapitre précédent, le module de Young calculé à partir de l'essai de traction et par ultrasons était de 2,16 et 3,47 GPa respectivement. En confrontant ces résultats avec le module de Young obtenu par modélisation numérique (4,4 GPa), nous remarquons que ce dernier est deux fois et 1,27 fois plus élevé que ceux obtenu par traction et par ultrasons respectivement. Ceci peut être expliqué par :

- La distribution, l'orientation et la taille des fibres qui sont homogènes dans le composite modélisé ainsi que l'absence de pores, de macro fissures et de tout autre défaut produits lors de l'élaboration.
- La présence d'imperfections dans le composite caractérisé qui a influé sur ses caractéristiques.

Chapitre 5 : Modélisation numérique

- L'impact de la présence et du volume des pores sur l'essai de traction. En effet, ce sont principalement les gros pores qui fragilisent grandement la structure du composite et qui précipitent sa rupture. De plus, la faible épaisseur de l'éprouvette de traction (4 mm) a accentué l'effet néfaste de ces pores. Ce composite peut donc présenter de meilleures propriétés mécaniques quand il est utilisé pour l'élaboration de pièces à grandes dimensions.

Enfin, cette modélisation nous a permis de confronter les résultats expérimentaux aux résultats numériques. Ces derniers peuvent être considérés comme étant les résultats idéaux pour un composite à matrice époxy renforcé à 20 % en masse par des fibres Alfa.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'étude réalisée dans ce travail a pour objectif de caractériser un composite à base d'époxy renforcé par des fibres courtes d'alfa. Ce nouveau matériau a subi une série de caractérisation. Une caractérisation mécanique, pour évaluer son comportement sous contrainte ainsi que ses propriétés mécaniques. Une caractérisation par microscopie optique et MEB, pour observer l'adhésion entre la matrice et le renfort à travers les faciès de rupture. Une caractérisation par ultrason, pour appuyer les valeurs des caractéristiques mécaniques préalablement obtenues. Afin de corroborer ces résultats, nous avons effectué une modélisation numérique avec le logiciel ANSYS.

Dans un premier lieu, la partie théorique nous a permis d'élargir nos connaissances sur les matériaux composites et de découvrir les composites à fibres naturelles. Ces dernières, utilisées comme renfort dans les matrices polymériques, représentent une initiative écologique qui viserait à diminuer la production des fibres synthétiques (fibres de carbone, verre...) très chères et polluantes à cause de leur processus de fabrication très énergivore. D'un point de vue économique, les fibres naturelles ont un rapport prix/poids attrayant. Elles présentent aussi de bonnes propriétés mécaniques et d'isolation acoustique, thermique et sonore.

Ces fibres sont néanmoins limitées dans leurs applications, ceci est dû à leur caractère hydrophile et à une mauvaise adhésion avec la matrice qui détériorent les propriétés mécaniques des composites. Un autre point important à souligner est la faible stabilité thermique des fibres, i.e. leur température de dégradation est basse. Cela a un impact direct sur les composites car elle diminue leur durabilité.

Dans l'état de l'art, les études réalisées ont montré que les caractéristiques mécaniques des fibres naturelles peuvent être affectées par plusieurs facteurs tels que les conditions de croissance et de récolte, l'âge de la plante, l'emplacement des fibres...etc. Par ailleurs, différents traitements de surface ont été appliqués sur les fibres afin d'améliorer leurs propriétés, cela a un impact direct sur leur adhésion avec la matrice et leur résistance à l'humidité. Par conséquent, les propriétés des composites se voient améliorées.

Les résultats expérimentaux montrent que le procédé d'élaboration par RTM génère de la porosité dans le composite et altère la répartition des fibres lors de l'aspiration du vide dans le moule. Cette répartition devient alors hétérogène. Cela a un impact direct sur les courbes de traction et de flexion et par conséquent sur les propriétés mécaniques obtenues. En effet, le

module de Young obtenu lors de l'essai de traction est de : 2,16 GPa. Cependant, dans la caractérisation par ultrasons, le taux de porosité n'a pas affecté le module de Young grâce à la possibilité de choisir des zones saines dans l'échantillon qui sont par conséquent plus rigides. Le module de Young dans ce cas est de 3,47 GPa, soit une différence de 60% avec l'essai de traction.

Les observations microscopiques présentent de manière plus précise ces pores. Les faciès de ruptures montrent qu'il y a un arrachement des fibres de la matrice et non pas leurs ruptures. Cela implique qu'à ces endroits, la matrice ne transmet pas les contraintes appliquées aux renforts. Elle est donc la seule à supporter ces contraintes à cause de la mauvaise adhésion fibre/matrice. Le bon choix du traitement des fibres et ses paramètres pourrait remédier à ça et par conséquent, améliorer les propriétés mécaniques du composite.

Dans la partie modélisation, les caractéristiques mécaniques obtenues peuvent être considérées comme étant idéales. Le module de Young obtenu est de 4,4 GPa. Cette valeur étant supérieure à celles obtenues expérimentalement par traction et par ultrasons, nous pouvons donc dire que cette différence est due aux défauts (porosités) présents dans le composite élaboré.

In fine, la modélisation numérique nous donne le composite idéal. Nous nous devons juste de travailler dans le sens de la perfection du protocole d'élaboration afin d'atteindre cet idéal.

Références bibliographiques

1. Joshi, S.V., et al., *Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?* Composites Part A: Applied science and manufacturing, 2004. 35(3): p. 371-376.
2. Maghchiche, A., A. Haouam, and B. Immirzi, *Extraction and characterization of Algerian Alfa grass short fibers (Stipa Tenacissima)*. Chemistry & Chemical Technology, 7 (3): 339-344. 2013.
3. Karray, M., *Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique*. 2012, Le Mans.
4. Laurin, F. *Introduction générale sur les matériaux composites*. in *Colloque Aussois MECAMAT, Aussois*. 2011.
5. Bourban, P.-E., *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés*. Vol. 15. 2004: PPUR presses polytechniques.
6. Sellami, A., *Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss): caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie*. 2015, Thèse de doctorat. ANNABA. Université BADJI MOKHTAR-ANNABA.
7. Gholampour, A. and T. Ozbakkaloglu, *A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications*. Journal of Materials Science, 2020: p. 1-64.
8. CARMA, *Glossaire des matériaux composites* 2006.
9. REZZOUG, A., *Elaboration et caractérisation tribologique des dépôts composites à matrice métallique projetés thermiquement sur composites à matrice polymère*. 2018, Université des sciences et de la technologie Houari Boumediène (USTHB).
10. AMROUNE, S., *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier*. 2016.
11. Berzin, F., *Composites polymères et fibres lignocellulosiques* 2017.
12. BENAKLI, I. and F. HAMANI, *Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé PHBV et Fibres Alfa*. 2016, Université Abderrahmane Mira de Béjaïa.
13. Lepetit, A., *Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène*. 2017, Université du Québec à Trois-Rivières.
14. Scida, D., et al. *Effet de l'humidité sur le comportement mécanique des composites à fibres de lin*. 2011.
15. Taj, S., M.A. Munawar, and S. Khan, *Natural fiber-reinforced polymer composites*. Proceedings-Pakistan Academy of Sciences, 2007. 44(2): p. 129.
16. Holbery, J. and D. Houston, *Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications*. Jom, 2006. 58(11): p. 80-86.
17. Ramesh, M., K. Palanikumar, and K.H. Reddy, *Plant fibre based bio-composites: Sustainable and renewable green materials*. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2017. 79: p. 558-584.
18. Rouam, K., *Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles*. 2015.
19. Komuraiah, A., N.S. Kumar, and B.D. Prasad, *Chemical composition of natural fibers and its influence on their mechanical properties*. Mechanics of composite materials, 2014. 50(3): p. 359-376.
20. El-Abbassi, F.E., et al., *A review on alfa fibre (Stipa tenacissima L.): From the plant architecture to the reinforcement of polymer composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2020. 128: p. 105677.

21. Eddine, A.D., *Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de Retama monosperma L.Boiss.* 2017.
22. Latif, R., et al., *Surface treatments of plant fibers and their effects on mechanical properties of fiber-reinforced composites: A review.* Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2019. 38(1): p. 15-30.
23. YAHI, F.Z., *Caractérisation physique d'une fibre végétale (le DISS.* 2016, Université Mohamed BOUDIAF de M'Sila.
24. Zahra, N.F., et al. *Mechanical Performance of Doum Palm Fiber-Reinforced Plaster Mortars.* in *International Conference Design and Modeling of Mechanical Systems.* 2017. Springer.
25. Ntenga, R., *Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites.* 2007.
26. Le Duigou, A., et al., *A review of 3D and 4D printing of natural fibre biocomposites.* Materials & Design, 2020: p. 108911.
27. Pandey, J., et al., *Comparison of jute fiber over glass fiber and carbon fiber reinforced plastic material composites used for civil structure.* IOJER, Volume1, Issue I, 2015.
28. Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil.* 2012.
29. Bessadok, A., et al., *Effect of chemical treatments of Alfa (Stipa tenacissima) fibres on water-sorption properties.* Composites science and technology, 2007. 67(3-4): p. 685-697.
30. Luzi, F., et al., *Valorization and extraction of cellulose nanocrystals from North African grass: Ampelodesmos mauritanicus (Diss).* Carbohydrate polymers, 2019. 209: p. 328-337.
31. Hsu, B., I.M. Coupar, and K. Ng, *Antioxidant activity of hot water extract from the fruit of the Doum palm, Hyphaene thebaica.* Food chemistry, 2006. 98(2): p. 317-328.
32. Li, X., L.G. Tabil, and S. Panigrahi, *Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review.* Journal of Polymers and the Environment, 2007. 15(1): p. 25-33.
33. Bathias, C. and C. Wolff, *Matériaux composites.* 2005: Dunod.
34. El-Abbassi, F.E., et al., *Effect of alkali treatment on Alfa fibre as reinforcement for polypropylene based eco-composites: Mechanical behaviour and water ageing.* Composite Structures, 2015. 133: p. 451-457.
35. Dan-asabe, B., S. Yaro, and D. Yawas, *Micro-structural and mechanical characterization of doum-palm leaves particulate reinforced PVC composite as piping materials.* Alexandria engineering journal, 2018. 57(4): p. 2929-2937.
36. Arrakhiz, F., et al., *Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene.* Materials & Design, 2013. 43: p. 200-205.
37. Zbidi, F., et al., *Influence of alkaline and enzymatic treatments on the properties of doum palm fibres and composite.* Journal of Applied Sciences, 2009. 9(2): p. 366-371.
38. Achour, A., *Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles: valorisation des plantes locales.* 2017.
39. LARABA, S.R., *Elaboration et caractérisation d'un sandwich bio-composite.* 2015, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene.
40. Dai, Y., et al., *Characterization of tensile failure behaviour of magnesia refractory materials by a modified dog-bone shape direct tensile method and splitting tests.* Ceramics International, 2020. 46(5): p. 6517-6525.
41. Blétry, M., *Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux.* École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2006-2007), 2006.

42. http://www.wermac.org/others/ndt_ut.html.
43. Dhaouadi, T., *Caractérisation et modélisation des propriétés mécaniques des biocomposites à fibres courtes aléatoires*. 2018, École de technologie supérieure.
44. Bourmaud, A., et al., *Towards the design of high-performance plant fibre composites*. *Progress in Materials Science*, 2018. 97: p. 347-408.
45. Muhammad, A., M.A. Ali, and I.H. Shanono, *ANSYS–A bibliometric study*. *Materials Today: Proceedings*, 2020.
46. Kohnke, P., *Ansys*, in *Finite Element Systems*. 1982, Springer. p. 19-25.