



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI BEL ABBES
FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR

MEMOIRE

Présenté par Mademoiselle BENMEDDOUR DJAMILA

**POUR OBTENIR LE DIPLOME DE MAGISTER EN
GENIE MECANIQUE**

Option : Comportement mécanique des structures

THEME

**Elaboration et caractérisation d'un
matériau composite à base de fibre
végétale : Application à la plante d'Alfa.**

Devant le jury composé de

Mr. BENGUEDIAB Mohamed	Professeur	Université de SBA	Président
Mr. LOUSDAD Abdelkader	Maître de conférences	Université de SBA	Examinateur
Mr. MEGUENI Abdelkader	Professeur	Université de SBA	Examinateur
Mr. OSMANI Hocine	Professeur	Université de Sétif	Examinateur
Mr. BOUKHOULDA Farouk Benallal	Professeur	Université de SBA	Directeur de mémoire

Année Universitaire: 2011-2012

Résumé :

L'objectif de cette étude est l'élaboration d'un éco-composite à matrice polymérique et à renfort de fibres de cellulose.

La matrice choisie est à base de polyester. Elle est renforcée par des fibres extraites à partir de la plante Alfa. Des traitements chimiques sont utilisés pour l'extraction et l'amélioration de l'interface. Des essais mécaniques (traction et de flexion trois points) sont effectués pour caractériser mécaniquement la fibre Alfa et le matériau élaboré. Les modules de Young et les charges à la rupture sont déterminées.

Mots clés : Eco-matériau ; fibre alfa ; Polyester ; Caractérisation ; Essais mécaniques

Abstract :

The objective of this study is to develop an eco-matrix composite reinforced polymer and cellulose fibers.

The matrix is selected based on polyester. It is reinforced with fibers extracted from the Alfa plant. Chemical treatments are used for the extraction and improved interface fibers/Matrix. Mechanical tests (tensile and three-point bending) are performed to characterize Alfa fiber and the material developed. The Young's modulus and fracture load are determined.

Keys words :

Eco-material, fiber alfa; Polyester; Characterization; Mechanical Testing.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو صناعة مادة تحافظ على البيئة مكونة للبوليمر المقوى بالألياف السليلوز. و البوليمر المستخدم هو البوليستر . وتم تعزيز ذلك بالألياف المستخرجة من نبات الحلفاء وتم استخدام علاجات كيميائية لاستخراج الألياف وتحسين سطحها الخارجي وقد تم إجراء اختبارات ميكانيكية (الشد والانحناء ثلاث نقاط) لمعرفة الخصائص الميكانيكية لألياف الحلفاء و المادة المصنعة. وتم تحديد معامل يونغ والحمولات للانكسار.

الكلمات المفتاحية

مادة بيئية, ألياف الحلفاء, البوليستر, خصائص, اختبارات ميكانيكية.

Remerciements

Le remerciement infini avant tous est à Dieu le plus puissant qui m'a donné le courage, la volonté et la force pour réaliser ce mémoire.

J'aimerais remercier les personnes qui m'ont aidé et guidé.

D'abord je voudrais remercier mon encadreur, le Professeur Farouk Benallal Boukhoulda, chef du département de Génie Mécanique à l'université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbas pour m'avoir offert la possibilité d'intégrer le monde de la recherche scientifique, ainsi que pour sa confiance, son support et pour m'avoir donné ses avis et ses instructions tout au long de cette étude.

Je voudrais également dire un grand merci à Monsieur Hocine Osmani, Professeur à l'université Ferhat-Abbas de Sétif pour m'avoir accueilli dans son laboratoire de recherche, son soutien permanent et ses conseils tout au long de mes travaux. Grâce à lui ce travail est devenu possible. Les mots me manquent pour le remercier.

Je remercie également Monsieur Mohamed Benguediab, Professeur au département de génie mécanique de l'université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbas, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury de soutenance de ce mémoire.

Je tiens à adresser mes vifs remerciements à :

- Monsieur Abdelkader Megueni, Professeur au département de génie mécanique à l'université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbas,

- Monsieur Abdelkader Lousdad, maitres de conférences (A) au département de génie mécanique à l'université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbas,

pour avoir accepté de juger ce travail.

Je désire aussi adresser mes remerciements les plus respectueux à Monsieur Bouaouadja, Directeur de Laboratoire (LMNM – UFA SETIF) et à Monsieur Bourahli, et en particulier les techniciens : Monsieur Hassane et Monsieur Ahmed pour leur aide.

Je ne saurai aussi oublier l'aide que m'a apporté Monsieur MEHDADI Zoheir, professeur au département de biologie à l'université de Sidi Bel-Abbès. Qu'il trouve ici le témoignage de toute ma gratitude.

Je voudrais dire un très, très grand merci à mes parents, de qui j'ai appris pratiquement tout ce que je connais et qui m'ont toujours encouragé à poursuivre mes études, ainsi qu'à mes sœurs : Samiha, Fatiha, Warda, Atika et Khadidja pour leur soutien affectif à toutes les étapes de mes études, en particulier ma Sœur Fatiha et l'époux de ma grande sœur Abdelaziz pour leur aide et leur patience au long de cette étude.

Enfin, J'exprimer mes remerciements les plus sincères et les plus chaleureux à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Liste des figures

- Figure I.1 : Représentation schématique de la hiérarchie structurale dans une fibre cellulosique. *Page 17*
- Figure I.2 : Représentation schématique des zones cristalline et amorphe d'une micro-fibrille. *Page 18*
- Figure I.3 : Structure de la cellulose (n répétitions du motif cellobiose). *Page 19*
- Figure I.4 : Structure des xyloglucanes. *Page 19*
- Figure I.5 : Acide galacturonique (-COOH) et acide galacturonique méthylé (COOHCH₃). *Page 20*
- Figure I.6 : Chaîne principale des pectines, formée d'acide galacturonique, d'acide galacturonique méthylé et de rhamnose. *Page 20*
- Figure I.7: Disposition des constituants pariétaux de cellules végétales jeunes Cellulose, hémicelluloses, pectines et HRGP. *Page 21*
- Figure I.8 : Préparation du résidu pariétal. *Page 22*
- Figure I.9 : Techniques d'extraction des pectines. *Page 23*
- Figure I.10 : Extraction des lignines. *Page 24*
- Figure I.11 : Techniques d'extraction des celluloses et des hémicelluloses. *Page 25*
- Figure I.12 : Touffes d'alfa. *Page 28*
- Figure I.13 : Répartition géographique de l'alfa. *Page 28*
- Figure I.14 : Limites naturelles des Hautes Plaines occidentales algériennes. *Page 29*
- Figure I.15 : la plante alfa avec indication des parties principales. *Page 30*
- Figure I.16 : Image microscope optique des fibres composées de filaments cellulosiques. *Page 32*
- Figure I.17 : Image MEB de la coupe transversale des faisceaux de fibres d'alfa. *Page 32*
- Figure I.18 : Image MEB de la coupe transversale de la tige d'alfa. *Page 32*
- Figure II.1.: matériau composite. *Page 38*
- Figure II.2: Classification schématique des différents types de composites. *Page 41*
- Figure II.3 : Schéma de principe du moulage au contact. *Page 45*
- Figure II.4 : schéma de principe de l'infusion. *Page 46*
- Figure II.5 : infusion des plaques. *Page 46*
- Figure II.6 : Teillage à la main 1910. *Page 47*
- Figure II.7 : Teillage à la main *Page 47*
- Figure II.8 : Teillage avec une machine 1917. *Page 47*
- Figure III.1 : Schéma typique du procédé d'élaboration du composite *Page 53*
- Figure III.2: Schéma arrangements de fibres. *Page 53*
- Figure III.3 : Dispositif de mesure. *Page 55*
- Figure III.4 : Feuilles d'Alfa sélectionnées. *Page 55*
- Figure III.5: Protocole expérimental pour la préparation du résidu pariétal. *Page 57*
- Figure III.6: Protocole expérimental pour la délignification du résidu pariétal. *Page 58*
- Figure III.7 : Traitements chimiques des feuilles d'alfa (a, b, et c) et Extraction des fibres

(e, f) Apparence des fibres dans la feuille d'alfa traitée avant l'extraction (d). *Page 59*

Figure III.8 : Initiation de l'amorçage des fibres (photos (g, h)). *Page 59*

Figure III.9 : Quelques éprouvettes de traction (fibres d'alfa) réalisées. *Page 60*

Figure III.10. Confection de tissus unidirectionnelles et moules. *Page 60*

Figure III.11: Illustration du procédé de moulage au contact effectué. *Page 61*

Figure III.12. Préparation des éprouvettes de traction. *Page 61*

Figure III.13 : Machine de traction. *Page 62*

Figure III.14 : Mesure des sections des fibres par un microscope optique. *Page 63*

Figure III.15 : Epreuve de traction alfa/polyester. *Page 64*

Figure III.16 : Dispositif de flexion 3 points. *Page 64*

Figure IV.1. Courbes charge-allongement des fibres de d'alfa brutes. *Page 68*

Figure IV.2: Densité de probabilité (Weibull à deux paramètres) : fibres brutes. *Page 69*

Figure IV.3 : Défiabilité de rupture de fibres brutes (Weibull à deux paramètres). *Page 71*

Figure IV.4: Défiabilité de rupture de fibres (a) traitées par rouissage (b) traitées par la soude caustique (c) vieilles (Weibull à deux paramètres). *Page 72*

Figure IV.5 : Comparaison entre les deux types de modélisation de la défiabilité de rupture Weibull à deux paramètres (a) et trois paramètres (b). *Page 74*

Figure IV.6 : Composite : présente les bulles d'air. *Page 75*

Figure IV.7 : Exemple de courbe Contrainte- allongement pour éprouvette de Composite UP/Alfa en traction. *Page 76*

Figure IV.8 : Les facies de rupture du composite polyester-Alfa traitée. *Page 77*

Figure IV.9 : Exemple de courbe charge - Flèche pour éprouvette de Composite UP/Alfa en flexion 3 points (comportement de type contrôlée). *Page 78*

Liste des tableaux

Tableau I.1: Avantages et inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites. *Page 16*

Tableau I-2. Composition chimique de certaines fibres naturelles. *Page 26*

Tableau I.3 : Propriétés de quelques fibres végétales. *Page 27*

Tableau I.4 : Répartition Générale des Terres – Campagnes 2006 (hectare). *Page 31*

Tableau II.I : Classification selon la nature de la matrice et le type de renfort qui lui convient. *Page 39*

Tableau II.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables. *Page 40*

Tableau II.3 : Caractéristiques des thermoplastiques. *Page 41*

Tableau II.4 : Synthèse de l'utilisation des résines et renforts. *Page 31*

Tableau III.1: Densité de l'eau distillée en fonction de la température. *Page 54*

Tableau IV.1 : Contrainte à la rupture moyenne et écart-type des fibres d'Alfa. *Page 69*

Tableau IV.2 : Charge à la rupture moyenne et écart-type des fibres d'Alfa. *Page 73*

Tableau IV.3: Paramètres de Weibull (3 paramètres) issu de la modélisation de la rupture des fibres. *Page 73*

Tableau IV.4 : Densité apparente de composite. *Page 75*

Sommaire

Remerciement	1
Liste des figures	2
Liste des tableaux	5
Sommaire	7
Introduction générale	11
CHAPITRE I. Etude bibliographique sur les fibres végétales	14
I.1. Introduction.....	15
I.1.2. Les fibres naturelles	15
I.1.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales	16
I.2. Généralités sur les fibres végétales	17
I.2.1. Structure d'une fibre	17
I.2.2. Cristallinité de la cellulose	18
I.2.3. Caractéristiques chimiques	18
I.2.3.1. Principaux constituants chimiques des fibres végétales	18
I.2.3.2. Les protocoles d'extraction des constituants chimiques des fibres végétales	21
I.2.3.3. Compositions chimique de quelques fibres végétales	25
I.2.4. Caractéristiques physiques et mécaniques	26
I.3. L'alfa	27
I.3.1. Présentation de la plante Alfa	27
I.3.2. Description de l'alfa	29
I.3.3. Structure et morphologie des fibres d'alfa	30
I.3.4.L'utilisation d'alfa	33
Bibliographie du chapitre	34
CHAPITRE II. Les composites à base de fibres végétales	36
II.1. Introduction	37
II.2. Présentation des matériaux composites	37
II.2.1. Définition	37
II.2.2. Caractéristiques générales	37
II.2.3.Classification des matériaux composites	38
II.2.3.A. Classification suivant la nature des constituants.....	38
II.2.3.B. Classification suivant la forme des constituants	41
II.2.3.C. Classification des composites selon propriétés mécaniques	43
II.3.Avantages et inconvénients des matériaux composites	43

II.4.Mise en œuvre des matériaux composites	44
II.5.Les composites à base de fibres végétales	46
II.5.1. Les protocoles d'extraction des fibres végétales	46
II.5.2. Le traitement de surface	49
Bibliographie du chapitre	50
CHAPITRE III. Matériaux, procédés et méthodes de caractérisation	52
III.1. Introduction	53
III.2. Matériaux utilisées	53
III.2.1. Fraction massique et volumique	53
III.2.2. La Fibre végétale Alfa	54
III.2.3. Polyester insaturé (UP)	55
III. 3. Méthodes expérimentales	56
III.3.1. Préparation des fibres Alfa	56
III. 3. 1. 1. Sélection des feuilles d'Alfa.....	56
III.3.1.2. Extraction des fibres d'alfa	56
III.3.1.2.1. Extraction chimiques	56
III.3.1.2.2. Extraction par Rouissage	56
III.3.1.2.3. Extraction par Traitements chimiques (alcalin) des fibres	56
III.3.2. Préparation des éprouvettes de traction	59
III.3.3. Elaboration des composites Polyester/Alfa	60
III.3.3.1. Préparation des Tissues unidirectionnelles	60
III.3.3.2. Procédé de mise en forme	60
III.3.3.3. Préparation des échantillons	61
III.4. Techniques de caractérisation	61
III.4.1. Caractérisations mécaniques	62
III.4.2. Essai de traction sur les fibres	62
III.4.2.1. Analyse statistique	63
III.4.2.2. Mesure de la section de fibre	63
III.5. Essais sur composites	64
III.5.1. Essais en traction	64
III.5.2 Essais en flexion	64
CHAPITRE IV. Résultats et discussions	66
IV.1. Introduction	67
IV. 2. Caractérisations mécaniques des fibres d'alfa	67
IV. 2. 1. Fibres d'alfa brutes	67
IV. 2.2. Aspect statistiques	69

IV. 2.2.1. Modélisation par la fonction de Weibull à deux paramètres (m, F_0)	69
IV. 2.2.2. Modélisation des résultats par la fonction de Weibull à 3 paramètres	73
IV. 3. Caractérisation de composite polyester/fibre Alfa	75
IV. 3. 1. Densité apparente de composite	75
IV.3.2. Calcul de la fraction massique et volumique de renfort	75
IV. 3.3. Essai de traction	75
IV.3.3.1. Comportement mécanique de composite élaboré	76
A. Résistance à la rupture	76
IV.3.3.2. Essai de flexion trois points	78
IV.3.3.3. Comportement mécanique du polyester (la matrice)	80
Conclusion générale	81
Annexe	84

INTRODUCTION GENERALE

Durant ces dernières années, de plus en plus d'études ont été consacrées à la valorisation des matériaux composites à base de fibres végétales en raison de contraintes liées à la protection de l'environnement et la préservation de la nature.

Dès l'apparition des matériaux composites, les recherches se sont orientées essentiellement vers l'amélioration des propriétés mécaniques sans se soucier de l'impact environnemental. Ainsi, et au fil du temps, les constructeurs ont nettement augmenté les propriétés mécaniques des matériaux composites jusqu'à ce qu'on arrive aux matériaux dits à hautes performances utilisés dans le domaine de l'aéronautique et l'aérospatiale.

De nos jours, la protection de l'environnement est devenue une priorité de tous les gouvernements, surtout dans les pays développés. Ainsi, les chercheurs réfléchissent à la mise au point de nouvelles générations de matériaux biodégradables qui auront pour mission de répondre aux cahiers des charges avec le minimum d'impact sur l'écologie.

L'utilisation de fibres végétales comme le bois, le chanvre, le jute et le lin, dans la conception des matériaux composites en remplaçant les renforts synthétiques (fibres de verre, carbone...) permet d'associer un matériau résistant, léger, abondant, non abrasif, structuré et à faible coût avec de nombreux matériaux tels que les plastiques, les plâtres et les bétons.

Cette étude est une contribution allant dans ce sens. En effet, la mise en valeur des richesses végétales produites par le sol Algérien contribuera largement au développement économique de notre pays. L'Alfa, le crin végétal et le liège se trouvent abondants en Algérie. Leurs récoltes et leurs industrialisations peuvent être une source de revenus considérables pour des populations entières.

L'Alfa est une plante très intéressante du point de vue économique. L'abondance de cette plante dans les régions steppiques permet d'envisager son utilisation pour la production de matériaux composites à base de matrice polymérique. Les fibres végétales, bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités, présentent aussi certains inconvénients majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères thermoplastiques. En effet, la présence des groupements hydroxyles à la surface des fibres leur donne un caractère hydrophile. Ce dernier les rend incompatibles avec la matrice polymérique à caractère fortement hydrophobe. La modification de la surface des fibres est généralement nécessaire pour créer des liaisons entre la fibre et la matrice.

Nous avons voulu à travers ce projet de magister atteindre deux buts primordiaux qui sont :

- L'élaboration et la caractérisation d'un matériau composite à base de fibres d'alfa ;
- La valorisation de la plante steppique algérienne ;

Les fibres ont été traitées pour permettre une bonne liaison avec la matrice polyester. Le traitement chimique est fait avec du NaOH à une concentration de 14% pendant 48 heures, traitées par rouissage et vieilles (traitées par NaOH de 14% pendant 48 h à température $T > 100^{\circ}\text{C}$ pendant 1h00).

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans la continuité des recherches développées sur ce type de matériau. Le mémoire est structuré en deux grandes parties. La première est une étude bibliographique qui comporte deux chapitres. Le travail effectué dans le cadre de ce mémoire est présenté dans la deuxième partie, qui comporte elle aussi deux chapitres (chapitre III et chapitre IV).

Le premier chapitre de l'étude bibliographique est consacré à la présentation des fibres végétales. Il comporte des généralités sur les fibres, leurs compositions chimiques, leurs avantages et inconvénients, ainsi qu'une présentation de la plante Alfa. Dans le second chapitre, on définit les matériaux composites avec une classification selon la nature des composants, et on présente les méthodes de mise en œuvre ainsi que les protocoles d'extraction et de traitements de surface des fibres végétales.

Le troisième chapitre décrit les matériels et les matériaux utilisés lors de l'expérimentation ainsi que les méthodologies expérimentales. Enfin, dans le quatrième chapitre, on présente les résultats des essais expérimentaux et les discussions associées.

Une conclusion est construite à partir des résultats obtenus. Un bilan des acquis de cette étude est fait et des perspectives sont proposées.

I.1. Introduction :

L'idée d'utilisation des fibres par l'homme dans divers domaines pratiques est très ancienne. Dès l'antiquité, les fibres d'origines végétales ont été utilisées dans la fabrication des cordes et des textiles. La première utilisation des fibres comme renfort pour certains matériaux traditionnels a été observée dans la fabrication des briques argileuses ou dans des plâtres. Les fibres utilisées à l'époque étaient pratiquement des fibres végétales. Ultérieurement, la naissance de la fibre industrielle, suite aux développements technologiques, a augmenté les champs d'application des fibres dans plusieurs domaines.

Aujourd'hui, avec les nouvelles contraintes liées à la protection de l'environnement, les efforts des chercheurs sont actuellement orientés vers le renforcement des matériaux composites par des fibres végétales. L'idéal serait de concevoir un matériau biodégradable ou encore recyclable, qui après un certain temps de service, aurait accompli sa fonction.

I.1.2. Les fibres naturelles:

Les fibres naturelles sont subdivisées en trois grands groupes selon leur origine [1,2,3] :

A/ Les **fibres végétales** qui comprennent :

- Les Fibres agricoles : parmi celles-ci, on cite :
 - ✓ les fibres provenant des poils séminaux de gaines (coton kapok).
 - ✓ les fibres libériennes extraites de la partie extérieure de la tige de plantes telles que le lin, le chanvre, le jute, la ramie ...
 - ✓ les fibres dures extraites de feuilles (sisal, l'abaca, alfa).
 - ✓ les fibres extraites d'enveloppes de fruits ou de graines (noix de coco, le coton,...).
 - ✓ les fibres extraites des tiges ou des troncs (chanvre de manille par exemple).
- Fibres de bois :
 - ✓ Issues d'arbres à feuilles caduques.
 - ✓ Issues de conifères.

B/ Les **fibres animales** : Elles proviennent des poils, telle que la toison animale et parfois les sécrétions telle que la soie.

C/ Les **fibres minérales** : telles que le basalte et l'amiante.

I.1.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales [1,3,4] :

Le tableau I.1 présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites. La biodégradabilité des fibres peut être considérée comme un avantage, mais elle peut présenter aussi un inconvénient. Pour le recyclage, c'est un avantage certain. De toute manière, il n'existe pas de pièces industrielles à durée de vie illimitée. Tout matériau est voué à devenir déchet.

L'utilisation de ce type de matériau (à base de fibres végétales) impose, par une conception réfléchie, de placer la structure en matériaux composites en dehors des conditions de biodégradabilité. Cette démarche est appliquée depuis longtemps pour les ouvrages en bois qui sont très sensibles à certaines conditions d'environnement climatique extrêmes.

<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
<ul style="list-style-type: none"> – De bonnes propriétés mécaniques spécifiques (résistance et rigidité). Généralement, proches de celles des fibres de verre (module d'Young) ; – un recyclage facile (combustion) ; – Faible coût ; – Neutre pour l'émission de CO₂ ; – Ressource renouvelable ; – Demande peu d'énergie pour être produite ; – Bonne isolation thermique et acoustique ; – Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres ; – Pas de résidus après incinération ; – Non abrasif pour les outillages ; 	<ul style="list-style-type: none"> – une méthode de mise en œuvre difficilement reproductible (non industrielle) ; – des propriétés physiques non reproductibles ; – la quantité et la qualité des fibres dépendent de l'environnement et de l'humidité ; – une reprise en eau importante : 8 ou 10 % du taux d'humidité ; – une calibration difficile ; – Fibres anisotropes ; – Renfort discontinu ; – Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock ;

Tableau I.1 : Avantages et inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites.

Malgré les avantages cités précédemment, les fibres végétales présentent aussi plusieurs caractères non désirables : mouillabilité faible, incompatibilité avec quelques matrices polymères et absorption d'humidité importante. Ces inconvénients peuvent être améliorés par des traitements physiques ou par traitements chimiques. L'étude des problèmes liés à l'adhésion entre la fibre végétale et la matrice polymérique, ainsi que les différents traitements de surface employés seront cernés dans le deuxième chapitre.

I.2. Généralités sur les fibres végétales

I.2.1. Structure d'une fibre

Les fibres végétales sont des structures biologiques composées principalement de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible, elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques.

Contrairement aux autres composantes des fibres qui possèdent une structure *amorphe*, la cellulose possède une structure en grande partie *cristalline*. A l'intérieur de la fibre, les chaînes cellulosiques sont réunies en micro fibrilles qui en s'agglomérant forment des fibrilles sur plusieurs couches. L'angle entre ces éléments très structurés et l'axe de la fibre conditionne la rigidité de la fibre [3]. Une fibre végétale est un empilement de plis composites. Elle est composée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, elle-même constituée de trois couches repérées notées S1, S2 et S3. Au centre, il peut exister une cavité appelée *lumen* si la cellule ne s'est pas entièrement remplie lors de son développement (remplissage de l'extérieur de la cellule vers l'intérieur). La couche S2 de la paroi secondaire représente environ 80% de la section et conditionne le comportement mécanique (voir la Figure I.1).

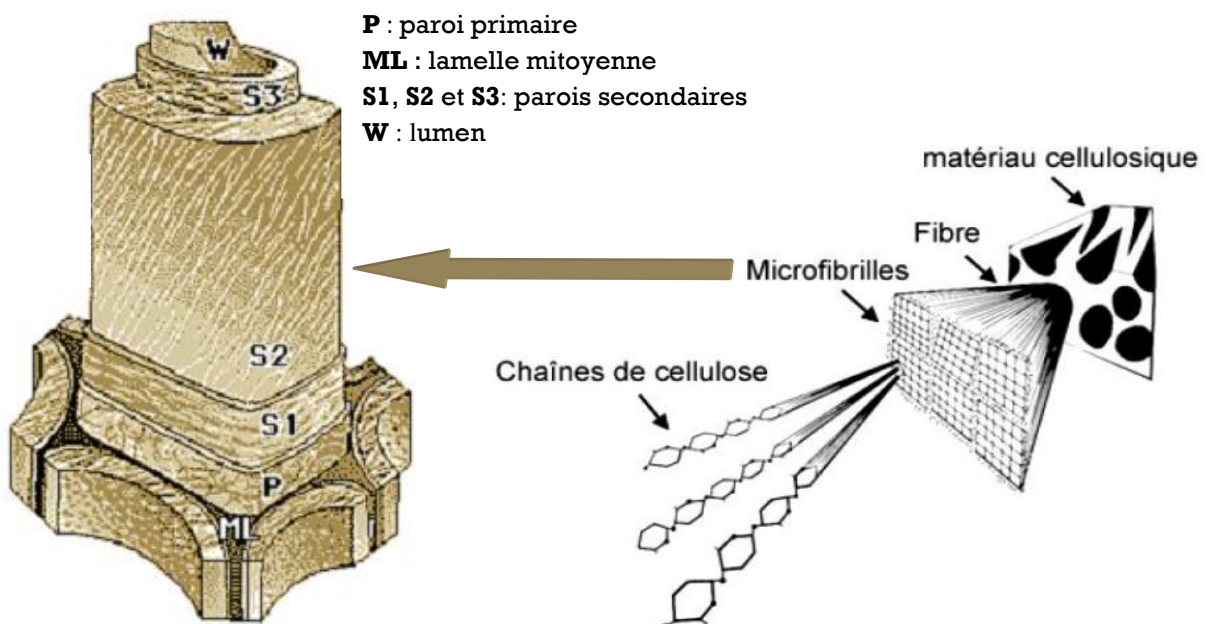


Figure I.1 : Représentation de la hiérarchie structurale dans une fibre cellulosique [4].

Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé *angle micro fibrillaire*. Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et à rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section et le degré de polymérisation.

I.2.2. Cristallinité de la cellulose

A l'état natif, l'arrangement cristallin des chaînes individuelles au niveau de la microfibrille détermine la cristallinité de la cellulose, et comme précisé précédemment, il existe des zones ordonnées dites zones cristallines et des zones non ordonnées (dislocation, torsions et contraintes...) dites zones amorphes le long de la microfibrille (voir la Figure I.2). En fonction des traitements que va subir cette cellulose native, d'autres arrangements cristallins seront possibles [4]

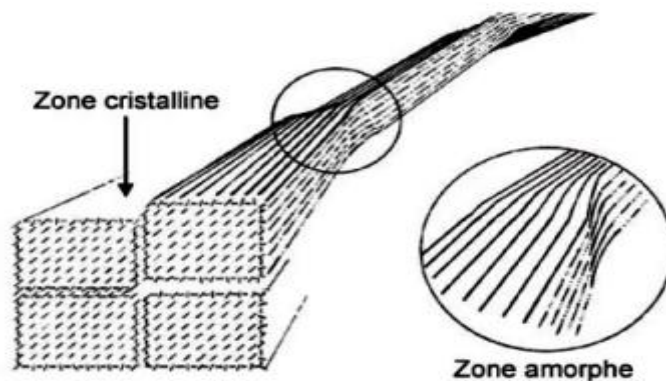


Figure I.2 : Représentation schématique des zones cristalline et amorphe d'une microfibrille

I.2.3. Caractéristiques Chimiques

Les fibres naturelles sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétale est formée de trois principaux constituants à savoir:

- la Cellulose, l'hémicellulose et la lignine.

I.2.3.1. Principaux constituants chimiques des fibres végétales :

A/ La cellulose [5] :

La cellulose constitue la trame fibrillaire ou squelette microfibrillaire de la paroi. Les microfibrilles de cellulose sont enrobées dans une matrice amorphe glycoprotéique qui favorise la plasticité.

La cellulose est une macromolécule à très longue chaîne de cycles glucopyranose avec une liaison glycosidique du type β 1-4. L'unité répétitive, est composée de l'association de deux glucoses. Elle est appelée cellobiose (Figure I.3).

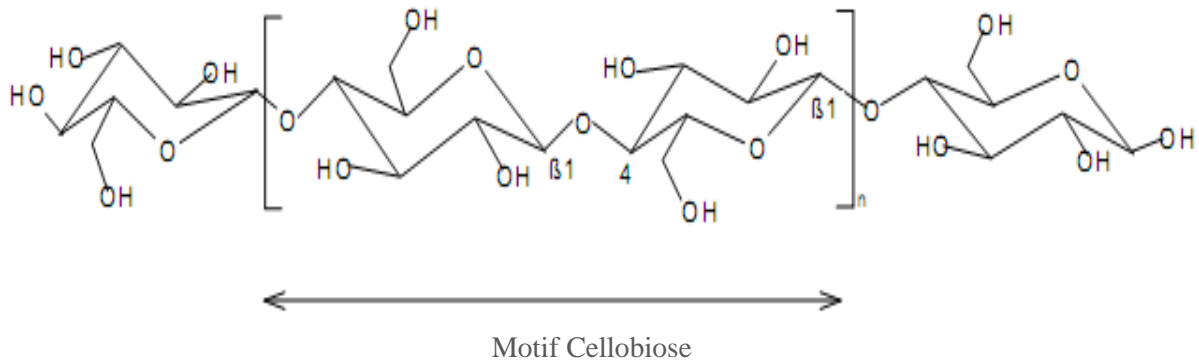


Figure I.3 : Structure de la cellulose (n répétitions du motif cellobiose).

B/ Les hémicelluloses [5]

Il s'agit d'une famille de molécules très hétérogènes et mal définies dont les composants chimiques varient selon l'origine botanique. La classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes, constitués d'une de glucose chaîne (bêta 1-4) et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose (Figure I.4). Les xyloglucanes peuvent s'unir à la cellulose par des liaisons hydrogène en assurant ainsi le maintien d'une architecture pariétale organisée en liant les fibrilles de cellulose entre elles.

Les hémicelluloses sont infiniment liées à la cellulose, aux pectines et aux lignines. Ces dernières peuvent s'unir aux hémicelluloses par des liaisons covalentes.

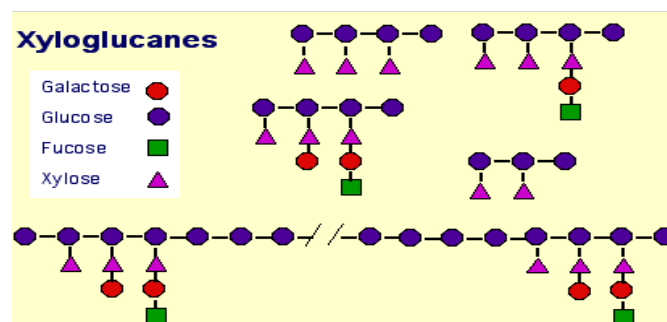


Figure I.4 : Structure des xyloglucanes.

C/ Les pectines [5]

Les pectines forment un ensemble complexe de macromolécules, constituées d'une chaîne principale et de chaînes secondaires branchées. La chaîne principale est un acide polygalacturonique.

Grâce à leurs fonctions acides, les pectines sont très solubles dans l'eau où elles sont capables de former des solutions visqueuses ou des gels, leur dégradation par les enzymes des bactéries coliques est quasi totale.

Certains monomères peuvent être méthylés (Figure I.5). Selon la proportion des monomères méthylés ou non, la chaîne est plus ou moins acide.

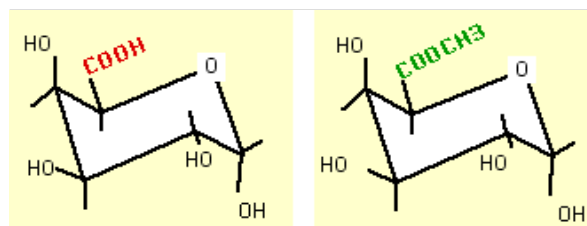


Figure I.5 : Acide galacturonique (-COOH) et acide galacturonique méthylé (COOCH₃)

Des branchements latéraux peuvent se former sur la chaîne principale linéaire rendant ainsi la molécule très complexe. Cette linéarité est cassée par des molécules de rhamnose sur lesquelles se fixent divers oses comme l'arabinose, le galactose et le xylose (Figure I.6).

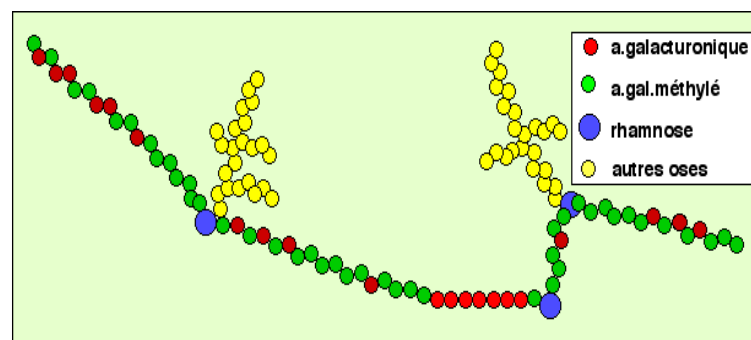


Figure I.6 : Chaîne principale des pectines, formée d'acide galacturonique, d'acide galacturonique méthylé et de rhamnose. Des chaînes latérales constituent des branchements

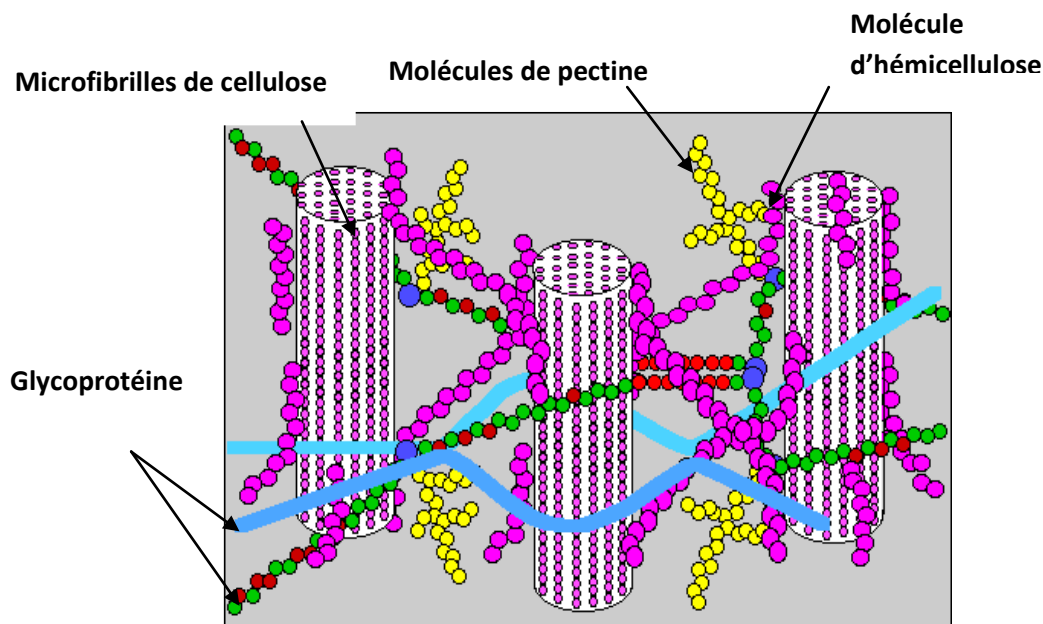
Les pectines sont synthétisées sous forme méthylée dans la cellule et incorporées comme telle dans la paroi. Les parties non ramifiées peuvent s'agréger par l'intermédiaire de ponts calciques formant des zones de jonction qui maintiennent la cohésion du gel.

En fin de croissance de la paroi, le réseau polysaccharidique peut être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins) (Figure I.7).

D/ Les lignines [5]

C'est un polymère tridimensionnel aromatique, résultant de la copolymérisation de trois alcools : alcool sinapylique, alcool coniférylique et alcool coumarylique. C'est un polymère totalement insoluble dans l'eau et très résistant à l'hydrolyse par les enzymes bactériennes. La polymérisation oxydative de ces alcools en lignines se produit au niveau de la paroi en présence de H_2O_2 et de peroxydases. La lignification affecte en premier lieu la lamelle moyenne et la paroi primaire puis se propage dans la paroi secondaire.

En plus de ces principaux constituants, les parois végétales renferment également et ce selon les espèces, des matières grasses, des protéines et des tanins en quantités variables.



*Figure I.7 : Disposition des constituants pariétaux de cellules végétales jeunes
Cellulose, hémicelluloses, pectines et HRGP*

I.2.3.2. Les protocoles d'extraction des constituants chimiques des fibres végétales [5]

La cellulose, les hémicelluloses, les pectines (de nature polysaccharidique) et les lignines sont les macromolécules principales constitutives de la paroi.

1. Préparation du résidu pariétal.

Le résidu pariétal est obtenu par la technique de Joseleau (1980) qui consiste à délipider, à dépigmenter et à éliminer les sucres libres et les tanins. Le résidu pariétal ainsi obtenu contient les pectines, les lignines, la cellulose et les hémicelluloses (voir Figure I.8).

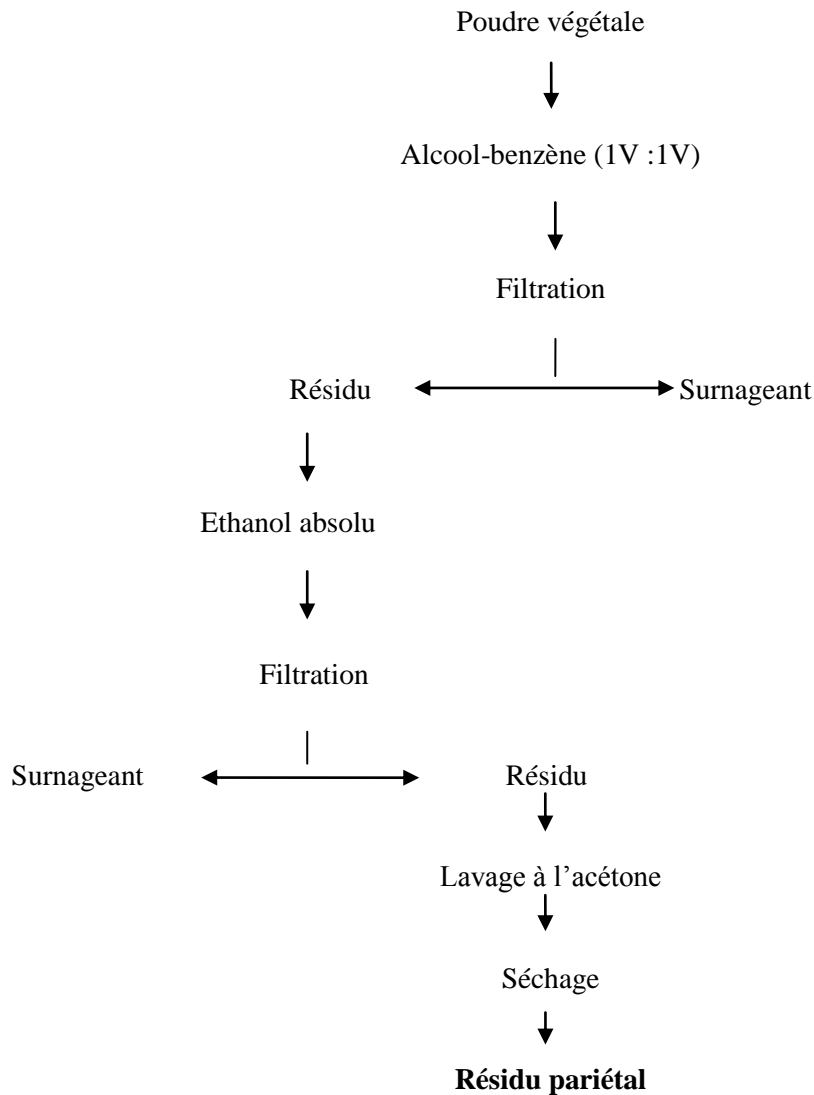


Figure I.8 : Préparation du résidu pariétal.

2. Extraction des hémicelluloses, des celluloses et des lignines.

Les celluloses, l'hémicelluloses et les lignines sont obtenus par l'élimination des pectines. Il existe deux catégories de pectines : les pectines hautement méthylées et les pectines faiblement méthylées qui diffèrent les unes des autres notamment par leur degré d'hydrosolubilité : plus les pectines sont méthylées, plus elles sont solubles dans l'eau. Pour la quantification des pectines, nous avons procédé comme suit (Figure I.9):

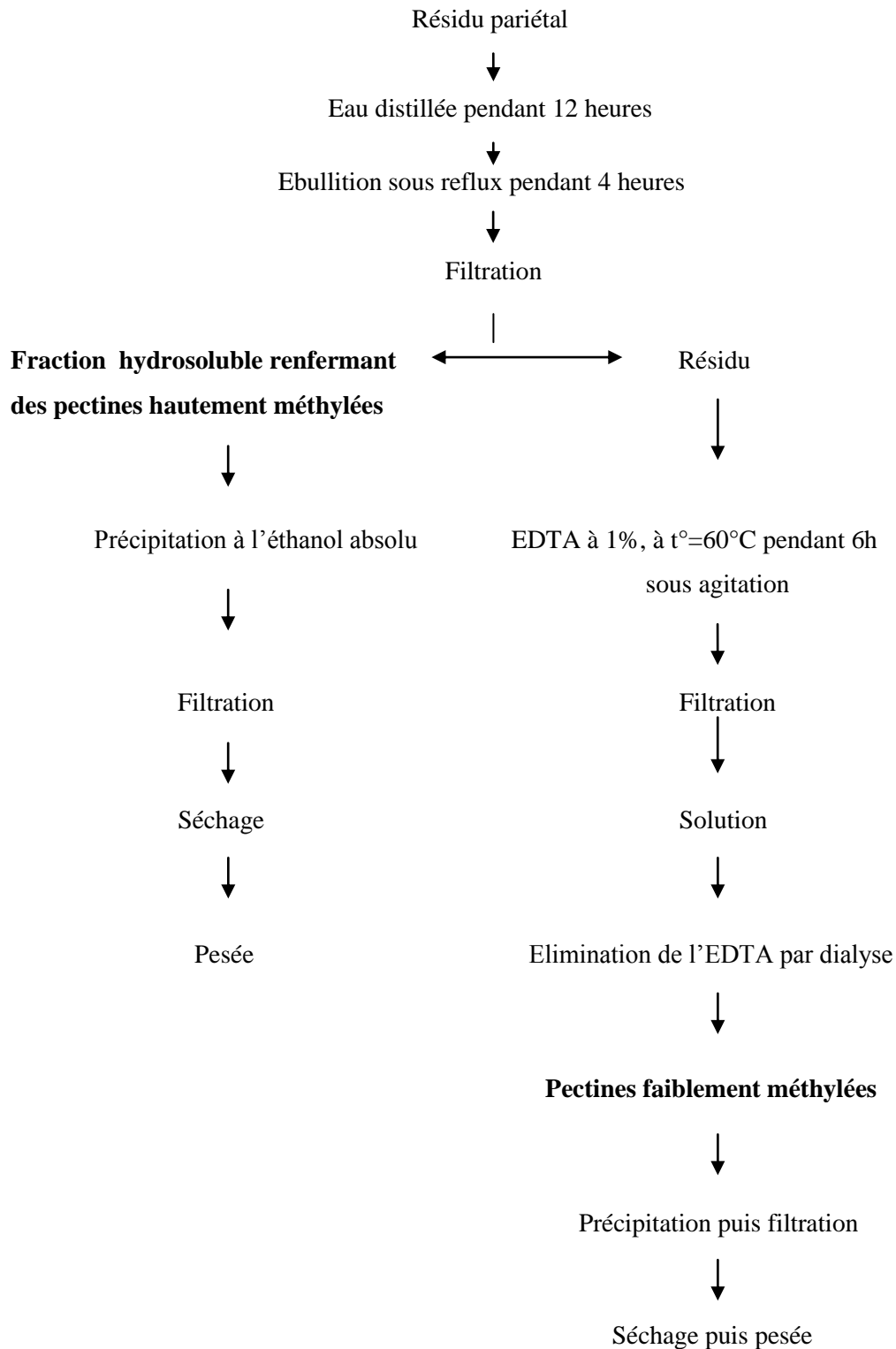


Figure I.9 : Techniques d'extraction des pectines.

Le résidu insoluble à l'EDTA à 1% est lavé, séché et pesé. Il correspond à la fraction lignines, cellulose et hémicelluloses.

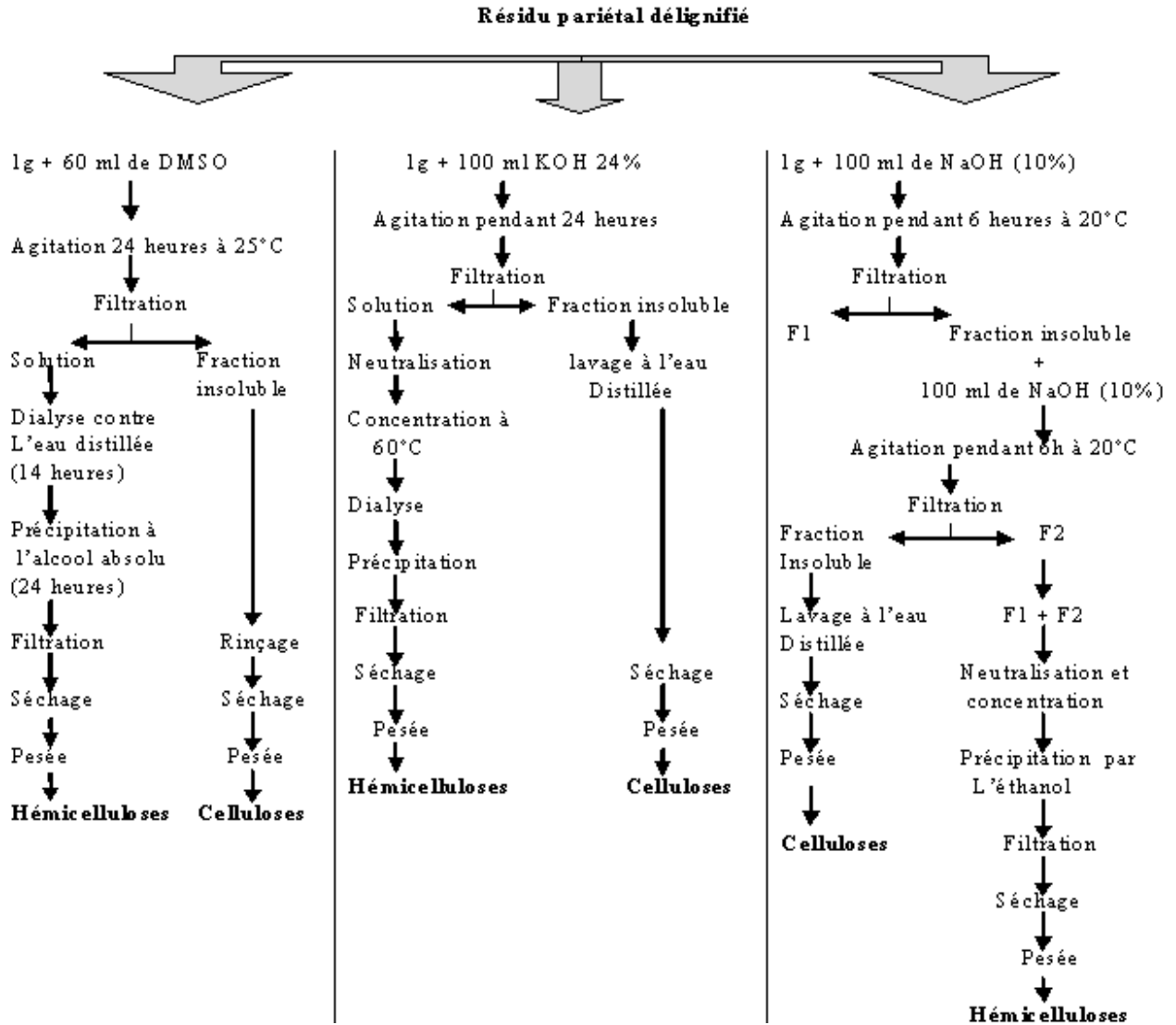


Figure I.11 - Techniques d'extraction des celluloses et des hémicelluloses

I.2.3.3. Compositions chimique de quelques fibres végétales :

De nombreux chercheurs ont étudié et déterminé la composition chimique des fibres végétales pour leur emploi dans le renforcement des matériaux composites. Le tableau I.2 [6,7] ci-dessous donne la composition chimique de certaines fibres naturelles.

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicelluloses (Pentoses)(%)	Pectine (%)	Cendres (%)	Silice (%)
Fibres de pailles						
Riz	28-36	12-16	23-28	-	15-20	09-14
Blé	29-35	16-21	27(26-32)	-	4,5-9	03-07
Orge	31-34	14-15	(24-29)	-	05-07	03-06

Avoine	31-37	16-19	(27-38)	-	06-08	4-6,5
Seigle	33-35	16-19	27-30	-	02-05	0,5-4
Fibres de canne à						
Sucre	32-44	19-24	22(27-32)	-	1,5-5	0,7-3,5
Bambou	26-43	21-31	15(15-26)		1,7-5	0,7
Fibres d'herbes						
Alfa (Esparto)	33-38	17-19	27-32	-	06-08	-
Sabai	22	23,9	24	-	6	-
Fibres de roseaux	44,75	22,8	20	-	3	2
Fibres péribérienne						
Lin	43-47	21-23	16(24-26)	2.3	5	-
Kenaf	31-39	15-19	19(22-23)	-	02-05	-
Jute	45-53	21-26	15(18-21)	0.2	0,5-2	-
Fibres centrales						
Kenaf	31-44	15-21	18-24	-	02-04	-
Jute	41	24	18-22	0.2	0,6-1	-
Fibres de feuilles						
Abaca (Manila)	60,8	8,8	20(15-17)	-	1,1	-
Sisal (agave)	43-56	07-09	12(21-24)	10	0,6-1	-
Fibres de graines						
Linters de coton	80-85	-	01-03	-	0,8-2	-
Fibres de bois						
Conifères	40-45	26-34	07-14	-	<1	-
Feuillus	38-49	23-30	19-26	-	<1	-
Alfa (Algérie)	38,8±1	20,5±1	33,5±1	-	-	-

Tableau I-2. Composition chimique de certaines fibres naturelles.

La dernière ligne du tableau I.2, représente la composition chimique de fibre végétale « Alfa » [7]. Si on compare la composition de cette fibre par rapport aux autres, on remarque que :

- Le taux de cellulose est situé entre les taux de cellulose du Kenaf, Lin et Kenaf, Jute.
- Le taux de lignine est situé entre les taux de Lignine de Kenaf, Lin et Kenaf, Jute.
- Le taux d'hémicellulose est supérieur aux autres taux d'hémicellulose

I.2.4. Caractéristiques physiques et mécaniques

Généralement une fibre végétale ou naturelle est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau.

Mécaniquement, elle est caractérisée par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité.

Le tableau I.3 regroupe quelques propriétés physico-mécaniques de quelques fibres utilisées par l'industrie des matériaux composites.

Fibre	Masse volumique (kg/m ³)	Diamètre (µm)	Allongement maximale(%)	Résistance à la Traction (Mpa)	Module de Young (Gpa)	Teneur d'humidité %
Coton	1550	11,5-17	6-8	300-700	6-10	8,5
Jute	1300- 1500	15,9-20,7	2-3	200-450	20-55	12
Lin	1400-1500	17,8-21,6	1.3-3.3	500-900	50-70	12
Chanvre	1400-1500	17-23	2-4	310-750	23	12
Ramie	1550	28,1-35	3-7	915	9-22	8,5
Sisal	1300-1500	18,3-23,7	2-14	80-840	6	11
Coco	1150-1250	16,2-19,5	15-40	106-175	72-7	13
Verre E	2.54	-	4,6-4,8	3200-3400	-	-

Tableau I.3 : Propriétés de quelques fibres végétales [8].

I.3. L'alfa :

La connaissance approfondie de cette graminée a préoccupé depuis longtemps plusieurs chercheurs. L'étude de cette plante, sa biologie et son écologie ont attiré l'attention de TRABUT dès 1889.

Parmi les espèces les plus fréquentes et les plus représentatives des formations végétales des hautes plaines algériennes, l'Alfa reste la plus importante. En Algérie, les groupements à Alfa s'étendant sur plus 3.5 millions d'hectare répartis sur les hautes plaines sur les mi-versants ainsi que sur les piedmonts de l'Atlas saharien. [9]

I.3.1. Présentation de la plante Alfa :

Le nom latin d'alfa est *Stipa Tenacissima*. Le nom anglais est *Esparto grass* ou *Esparto*.

L'Alfa (de l'arabe Halfa), stipe tenace ou sparte est une plante graminée semblable à l'herbe poussant en touffes denses et graciles. Cette espèce est originaire des régions arides de l'ouest du bassin de la Méditerranée : en Afrique du Nord du Maroc à la Libye, et Europe du Sud (Espagne, Italie). L'alfa couvre notamment de vastes zones des hauts plateaux algériens. C'est une plante permanente qui ne disparaît pas pendant l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans les zones les plus sèches de la

région Méditerranéenne. Au Sud, sa limite naturelle est déterminée par la sécheresse. Là où l'alfa cesse, commence le désert. Au Nord et l'Ouest, c'est l'humidité croissante du climat qui l'élimine de la flore (voir figure I.12).

- Quelques renseignements liés à cette plante :



Nom vulgaire: L'alfa.

Nom scientifique: *Stipa tenacissima*

Classification:

Règne: Plantae

Division: Magnoliophyta

Classe: Liliopsida

Ordre: Poales

Famille: Poaceae

Genre: *Stipa*

Espèce: *Stipa tenacissima*

Figure. I.12 : Touffes d'alfa.

La figure I.13 montre la répartition géographique de l'alfa dans le monde. La répartition territoriale de l'alfa peut être estimée comme suit [10] :

Algérie : **4.000.000** ha (ha : hectares), Maroc : **3.186.000** ha, Tunisie: **600.000** ha,

Libye : **350.000** ha, Espagne : **300.000** ha.



Figure I.13 : Répartition géographique de l'alfa. [9]

En Algérie, l'alfa est abondante dans la région oranaise, depuis le littoral jusqu'aux monts des Ksour, sur les hauts plateaux de la région de Ksar Chellala, Djelfa, autour de Boussada, jusqu'aux montagnes d'Ouled Nail et autour de Laghouat.

A l'est, elle se répartit surtout dans les régions ouest et sud de Setif, les Bibans, Boutaleb et Maadi. Elle couvre également une partie importante des versants de montagnes du massif des Aurès [9,11]. La figure I.14 montre les limites naturelles des hautes plaines occidentales algériennes ou l'alfa pousse.

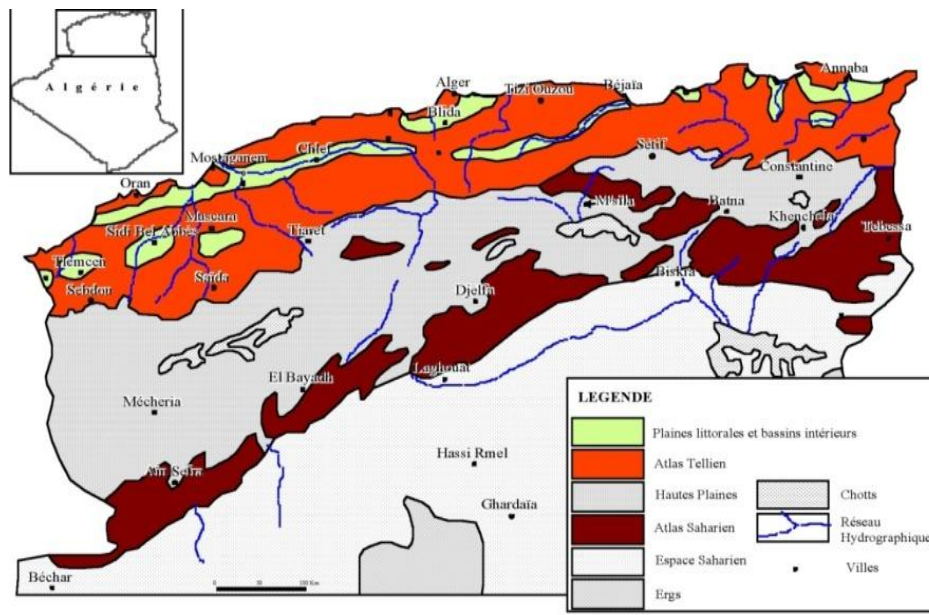


Figure I.14 : Limites naturelles des hautes plaines occidentales algériennes [12].

I.3.2. Description de l'alfa :

L'alfa est une plante pérenne dominante. C'est une essence très robuste, raide, sèche et très persistante. Elle se présente en touffes denses, à feuilles longues et coriaces, L'alfa comprenant une partie **souterraine**, capitale pour la régénération, et une partie **aérienne**, celle qui est récoltée et atteint 1 mètre de hauteur. La forme des touffes est circulaire, s'évidant graduellement au centre, et au nombre de 3000 à 5000 en moyenne à l'hectare dans un peuplement normal. Dans un peuplement dégradé, le nombre tombe de 1000 à 2000 touffes [13]. La figure I.15 montre la plante d'alfa avec l'indication des parties principales.

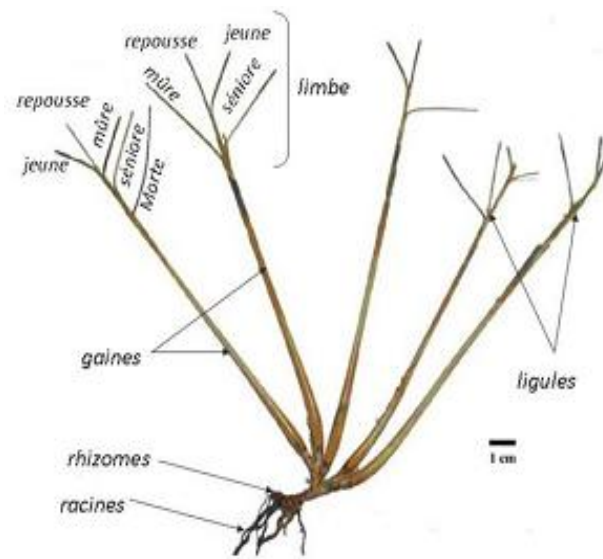


Figure I.15 : Plante alfa avec indication des parties principales

I.3.2.1. La partie souterraine [9] :

La partie souterraine de la plante est un rhizome à entre-nœuds très courts (il s'en forme un par saison végétative) portant des racines adventives s'enfonçant dans le sol et des bourgeons qui se développent ou restent dormants. [13,14]

Les rhizomes :

Représentent des souches compactes homogènes qui deviennent circulaires par le dépérissement des rameaux anciens du centre. Le rhizome forme des entres nœuds et porte des racines très ramifiées. Au niveau des entres nœuds se développent les feuilles et on trouve des bourgeons dormants et des ébauches de racines adventives futures.

Les racines :

L'alfa présente une biomasse racinaire très importante, supérieure à sa biomasse aérienne [15]. Elle a des racines adventives de 2 mm de diamètre environ, présentent plusieurs ramifications et des racines fasciculées de formes circulaires, sa profondeur de 30 à 50 cm.

I.3.2.2. La partie aérienne [9]:

Elle est constituée de rameaux portant des graines imbriquées les unes dans les autres, surmontées de limbes longs de 30 à 120 cm. La face inférieure des limbes est unie et luisante, la face supérieure porte de fortes nervures. L'une et l'autre sont recouvertes d'une cire isolante qui permet à la plante de résister à la sécheresse

- La tige :

Elle est creuse et cylindrique, sa cavité est interrompue régulièrement au niveau du nœud par des diaphragmes résultant de l'enchevêtrement des faisceaux conducteurs. Au niveau de chaque nœud existe un bourgeon qui peut donner naissance soit à un entre-nœud, soit à une tige aérienne, ou reste dormant parfois pendant plusieurs années et constitue une réserve qui entre en activité lorsque la souche est épuisée.

- **Les feuilles :**

La feuille se présente comme un ruban filiforme, lisse, brillant, solide, recouvert à la base par une gaine velue qui retient une quantité importante de poussière sableuse. C'est à cet endroit qu'on peut facilement l'arracher, car en la coupant à la faucille on provoque la mort de la plante. Selon La longueur des limbes varie de 25 à 120 cm, les longueurs moyennes varient de 40 à 60 cm. Le limbe est pendant la période végétative étalé rubané et de couleur vert-foncée mais sous l'effet de la sécheresse la teinte verte devient blanchâtre. Les feuilles d'alfa persistent durant au moins 2 ans

- **Les fleurs :**

De 25 à 30 cm de hauteur, La fleur est protégée par deux glumes d'égale longueur. La glumelle supérieure bifide au sommet, velue dorsalement, porte une arête et la glumelle inférieure est plus fine. Généralement, les fleurs apparaissent vers la fin avril début mai.

- **Les fruits :**

C'est un caryopse appelé graine qui mesure 5 à 6 mm de longueur, linéaire, allongé avec un hile formant le sillon longitudinal. Sa partie supérieur est brune et porte souvent les stigmates desséchés.

»»» L'alfa recouvre quatre millions d'hectares en Afrique du Nord. Plus de la moitié de ces étendues sont en Algérie, particulièrement dans la province d'Oran. La superficie de l'Algérie, de l'ordre de 238.17 millions d'hectares, les zones alfatières des plateaux où pousse l'alfa en d'immenses nappes avec 2.8 millions d'hectares. Représente 1.2% de la superficie totale de l'Algérie. (INRAA / Juin 2006) [16]. (voir Tableau I.4)

			Superficie (ha)	% ⁽¹⁾	% ⁽²⁾	
Terres utilisées par l'agriculture	Terres	Cultures herbacées	4 064 857	9.6		
	Labourables	Terres au repos	3 404 758	8		
		Cultures permanentes	Plantation d'arbres fruitiers	810 193	1.9	
		Vignobles	98 214	0.2		
		Prairies naturelles	25 548	0.1		
	Superficie agricole utile (S.A.U)			8 403 570	19,8	
	Pacages et parcours			32 776 670	74.4	
Terres improductives des exploitations agricoles			1 187 650	2.8		
Total des terres utilisées par l'agriculture			42 367 890	100.00	17.8	
Autres terres	Terres alfatières		2 793 000		1.2	
	Exploitations forestières		4 303 000		1.8	
	Terrains improductifs		188 710 210		79.2	
Total général de la superficie territoriale			238 174 100		100.00	

Tableau I.4 : Répartition générale des terres – Campagnes 2006 (hectare) [16].

I.3.3. Structure et morphologie des fibres d'alfa [2]

En général, la structure des fibres est hétérogène. Les plus petites parties dans les fibres sont les filaments cellulosiques ou les fibrilles, ayant des longueurs de 2 à 5 mm et des diamètres de 5 à 10µm. Ces fibrilles se sont liées d'une manière dense par l'hémicellulose en formant les fibres. Leur coupe transversale a une forme irrégulière comme le montre la photo prise avec un microscope optique (Figure I.16). Les fibres ont un diamètre de 50 µm environ. Les fibres se sont liées par la lignine et des pectines ce qui donne les faisceaux de fibres, c'est-à-dire les fibres techniques. Le lumen dont la fonction est le transport de l'eau dans le végétal vivant, est étroit. La coupe transversale des faisceaux de fibres montre que la section n'est pas circulaire et que le diamètre est 200µm environ (Figure I.17). La liaison des faisceaux de fibres donne finalement la tige (Figure I.18).

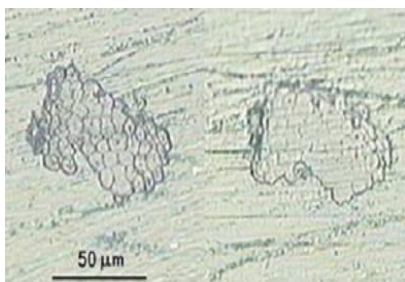


Figure I.16 : Image microscope optique des fibres composées de filaments cellulosiques.

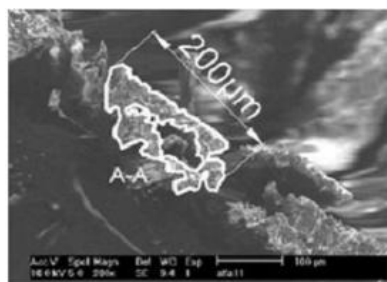


Figure I.17 : Image MEB de la coupe transversale des faisceaux de fibres d'alfa.

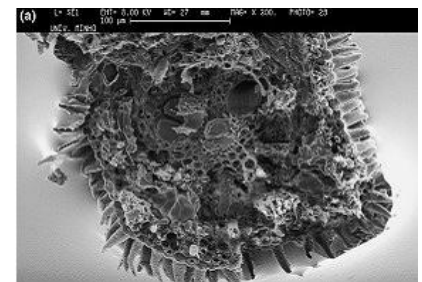


Figure I.18 : Image MEB de la coupe transversale de la tige d'alfa.

I.3.4. L'utilisation de l'alfa (une fibre, plusieurs applications) :

L'alfa est une plante utilisée pour ses fibres. Elle est classée parmi les plantes textiles.

I.3.4.1. Manière d'utilisation :

1. D'un côté la plante elle-même est utilisée :

La plante elle-même est utilisée pour la fabrication de cordages, d'espadrilles, de tissus grossiers, tapis, paniers (applications artisanales). Les plus jeunes feuilles d'alfa peuvent être pâturées par les chevaux, les chameaux, mais la plante est trop riche en lignine pour constituer un fourrage pour les autres herbivores.

2. D'un autre côté, les fibres courtes sont utilisées :

Elles sont utilisées pour fabriquer des papiers d'impression de qualité. Par extension, les fibres produites sont de très hautes qualités et permettent la production de livre haut de gamme. Ces fibres sont de petit diamètre par rapport à leurs longueurs. En raison de la longueur courte de fibre, la résistance à la traction du papier est inférieure à beaucoup d'autres papiers, mais sa résistance au rétrécissement et à l'étirage est supérieure, et le papier est un papier bien-rempli et dense avec d'excellentes qualités d'encrage. Il a également de bonnes propriétés de pliages. La transformation de cette fibre ne semble pas produire d'importants volumes de poussières.

Pour des applications techniques comme l'emballage alimentaire, de colles naturelles, des non-tissés et comme **renfort pour les matériaux composites**.

Les applications textiles, c'est-à-dire des fils, des tissus, des tricots, etc., n'existent pas encore sur le marché à ce jour.

Bibliographie du chapitre I

- [1] Hervé Bindi(Carma) ; Joël Léveque (Atout-Veille) et Alain Parisse, (COMPOSITEC), Les fibres composites d'origine naturelle. Conférences techniques, les 6èmes rencontres technologiques, ISITV-Valette-du-Var, France, 28 septembre 2006.
- [2] Eva Rogge, Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles, mémoire de master, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA) , 2009-2010.
- [3] CARMA, Glossaire des matériaux composite renforcés de fibres d'origine renouvelable, (Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancés). Actualisation décembre 2006, France, 2006.
- [4] Adil Sbiai, Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: Effet de l'oxydation au tempo sur les fibres, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.
- [5] Mehdadi Zoheir, Etude écobiochimique de stipa tenacissima L. Apport de la cytofluorométrie dans l'étude du comportement du du méristème végétatif et évolution saisonnière de la composition foliaire en fibres parétales, éléments minéraux et lipides, Thèse de Doctorat, Université Djillali liabès, Sidi Bel Abbès, 02/07/2003.
- [6] Rinaudo & JP Joseleau, La biomasse végétale peut-elle concurrencer le pétrole ? CERMAV- CNRS, le 5 décembre 2008.
- [7] Mouhoubi Sabira, Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène, Mémoire de Magister, Université Ferhat Abbas –Setif, 2008.
- [8] Giuseppe Cristaldi, Alberta Latteri, Giuseppe Recca and Gianluca Cicala, Composites based on natural fibre fabrics, University of Catania Italy.
- [9] Site web: arabistar.blogspot.com/2012/03/generalites-sur-lalfa.html (Arabistar : Le spécialiste de la flore en Algérie).
- [10] Terre et Vie en accord avec la (CREF), La Division de Recherche et d'Expérimentations Forestières Marocaine, 2002.
- [11] Ozenda P., 1954. Observation sur la végétation d'une région semi-aride: Les Hauts Plateaux du sud algérois. Bull. Soc. Hist. Nat. Afr. Nord, 45 (3-4): 189-223. Alger.

- [12] Mohamed Hadeid, « Politiques de développement régional dans les hautes plaines occidentales algériennes: un bilan mitigé », Développement durable et territoires [En ligne], Varia, mis en ligne le 26 mai 2009, consulté le 22 août 2012. URL: <http://developpementdurable.revues.org/8190>
- [13] Boudy P., Guide forestier en Afrique du Nord, Livre, 1952.
- [14] Contribution à l'étude de l'entomofaune de la nappe alfatière de la région de Zaafrane. Wilaya de Djelfa. Étude réalisée par Benchrik Madani et Lakhdari Sayeh, 2002.
- [15] Pouget M., Les relations sol végétation dans les steppes sud Algéroises, Trav. Doc. O.R.S.T.O.M. n° 116, p.555, 1980.
- [16] INRAA, Deuxième rapport national sur l'état des ressources phytogénétiques, Institut National de la Recherche Agronomique d'Algérie, Juin 2006.

II.1. Introduction :

A partir des années 90, de nouveaux matériaux composites ont émergé dans le paysage industriel. Les contraintes environnementales à l'échelle planétaire ainsi que les nouvelles réglementations sur le recyclage des matériaux composites ont poussé les constructeurs et les industriels à développer de nouveaux matériaux issus de ressources renouvelables. A cet effet, de nombreux chercheurs s'attachent à trouver une alternative aux produits provenant de la pétrochimie. L'objectif est de mettre au point des matériaux bio permettant de créer des composites avec une meilleure empreinte écologique. Les matériaux agro-composites ou bio-composites connaissent une croissance de l'ordre de 50% par an. S'ils sont pour l'instant minoritaires, ils ouvrent des perspectives à moyen et long terme très engageantes.

L'introduction de fibres naturelles dans des matrices polymères (biodégradables ou non) peut apporter des avantages notoires par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (comme les fibres de verres) et cela grâce à leur faibles densités, leurs bonnes propriétés mécaniques, leurs faibles coûts...

II.2. Présentation des matériaux composites

II.2.1. Définition :

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles à l'échelle microstructurale. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle on a dispersé de façon contrôlée des renforts (voir figure II.1). La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limite d'élasticité, résistance mécanique...). Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques (propriétés mécaniques rapportées à la masse volumique) sont supérieures à celles de la matrice non renforcée. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [17,18].

Il faut cependant différencier charges et renforts. Les charges, sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, modifient une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, le comportement au feu...). Les renforts, sous forme de fibres, contribuent uniquement à améliorer la résistance mécanique et la rigidité de la pièce dans laquelle ils sont incorporés.

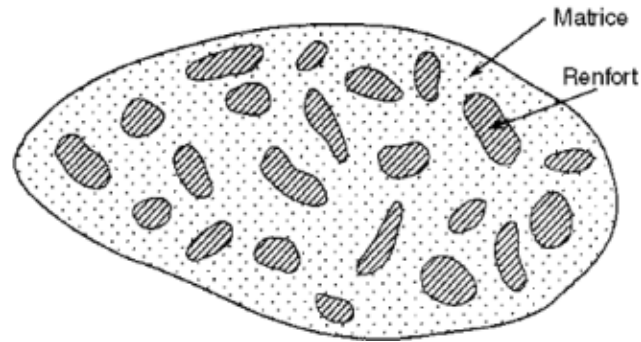


Figure II.1: Matériau composite.

II.2.2. Caractéristiques générales

Un matériau composite (comme son nom l'indique) est composé de plusieurs constituants, d'une phase continue appelée matrice (liant) et d'une ou plusieurs phases discontinues appelées renfort ou fibre, généralement plus dure et confie au matériau des propriétés mécaniques élevées. Dans le cas de plusieurs phases discontinues, le composite est appelé hybride [19].

En plus de ces deux constituants de base, il faut ajouter une interface qui assure la compatibilité renfort-matrice et transmet les contraintes de l'un à l'autre. Des produits chimiques entrent dans la composition mais n'interviennent pas dans le calcul des structures composites.

Les propriétés des matériaux composites résultent des :

- Propriétés des matériaux constituants,
- De leur distribution géométrique,
- De leur interaction.

Ainsi pour procéder à la description du matériau composite, il est nécessaire de spécifier :

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

II.2.3. Classification des matériaux composites

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

II.2.3.A. Classification suivant la nature des constituants

La nature du matériau constituant la matrice permet de répertorier trois grandes classes de composites : les composites à matrice organique (polymère) (C.M.O.), les composites à

matrice métallique (C.M.M.) et les composites à matrice céramique (C.M.C.) comme cela est montré dans le tableau II.1.

Divers renforts sont associés à ces matrices, parmi ces composites :

Composites à matrice organique (polymère)	Composites à matrice métallique	Composites à matrice minérale (céramique)
- des fibres minérales: verre, carbone, etc.	- des fibres minérales: carbone, carbure de silicium (SiC);	- des fibres métalliques: bore;
- des fibres organiques: Kevlar, polyamides, etc.	- des fibres métalliques: bore;	- des particules métalliques: cermets;
- des fibres métalliques: bore, aluminium, etc.	- des fibres métal-minérales: fibres de bore revêtues de carbure de silicium (B SiC).	- des particules minérales: carbures, nitrures, oxydes réfractaires.

Tableau II.1 : Classification selon la nature de la matrice et le type de renfort qui lui convient.

II.2.3.A.1. Composites à matrice céramique :

Sont utilisés lorsque les températures sont supérieures à 1000°C. Dans ce type de composite, le renfort est généralement constitué de fibres longues en carbone, en silice ou en carbure de silicium, assemblées par tissage multidimensionnel. Ce renfort poreux est infiltré par la matrice (carbone, silice, carbure de silicium) qui se trouve soit en phase liquide soit en phase gazeuse. La dernière étape d'élaboration consiste à densifier le composite par frittage sous haute pression à haute température. Ces matériaux sont développés essentiellement dans le domaine aérospatial (disques de frein, tuyères, volets, tuiles ablatives...), le spatial, le nucléaire, le militaire, et le freinage (freins carbone) en raison de leur haute résistance thermomécanique spécifique [17].

II.2.3.A.2. Composites à matrice métallique (C.M.M.) :

Pour des applications de haute température jusqu'à 600°C. Les métaux ou alliages métalliques, utilisés dans la fabrication des C.M.M., sont généralement choisis en fonction de leurs propriétés spécifiques dans l'état non renforcé. Ainsi, l'aluminium, le titane et le magnésium sont les métaux les plus couramment utilisés. Les procédés de fabrication des C.M.M. diffèrent selon que la matrice se trouve, lors de l'introduction des renforts, à l'état liquide (forgeage

liquide, fonderie moyenne pression, ...), dans un état semi-solide (rhéomoulage) ou dans l'état solide (métallurgie des poudres). Les C.M.M. présentent de bonnes caractéristiques mécaniques spécifiques, une bonne résistance en température et aux chocs thermiques ainsi qu'une bonne résistance à l'usure et à l'abrasion. Toutes ces aptitudes sont mises à profit dans la fabrication de pièces de structure (carters, inserts...) et d'organes fonctionnels (bielles, soupapes...) travaillant à haute température [17].

II.2.3.A.3. Composites à matrice organique (polymère) (C.M.O.) :

L'utilisation des C.M.O. reste limitée au domaine de températures inférieures à 200°C. Deux types de matrices sont utilisés : les thermodurcissables et les thermoplastiques.

- Les matrices thermodurcissables

La structure des matrices TD a la forme d'un réseau tridimensionnel qui se pont (double liaison de polymérisation) pour durcir en forme de façon définitive, lors d'un échauffement. La transformation est donc irréversible (voir tableau II.2).

Résine	densité ρ	E(GPa)	σ_r (MPa)	Tmax(°C)
Époxyde	1,2	4,5	130	90-200
Uréthane	1,1	0,7-7	30	100
Polyester insaturé	1,2	4	80	60-200
Urée Formaldéhyde	1,2-1,5	6-10	40-80	140
Phénol Formaldéhyde	1,1-1,3	3-4	35-60	80-300

Tableau II.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables [Selon Gay 1, (1991)]

E : module de Young ; **σ_r** : contrainte à la rupture ; **T_{max}** : température maximale d'utilisation.

- Les matrices thermoplastiques:

La structure des TP se présente sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme (les chaînes se plient alors), et les refroidir pour les fixer (les chaînes se bloquent). Cette opération est réversible (voir tableau II.3).

Polymère	Tg (°C)	Tf (°C)	Densité ρ	σ_r (MPa)	E (GPa)
PP	5	165	0,92	30	1,2
PLA	50-60	150	**	40-60	3-4
HDPE	-100	134	0,95	28	1,1
PVC	75-105	160-220	1,39	58	2,9
PS	90-100	-	1,05	55	3,2
PET	70	255-265	1,30	47	2,6
ABS	90-120	-	1,05	50	2,5

Tableau II.3 : Caractéristiques des thermoplastiques [Selon Gay 1, (1991)]

PP : polypropylène à l'état semicristallin.

HDPE : polyéthylène à haute densité.

PS : polystyrène à l'état amorphe.

ABS : acrylonitrile butadiène styrène à l'état amorphe.

Tf : température de fusion.

PLA : acide poly lactique.

PVC : polychlorure de vinyle amorphe.

PET : polyéthylène téréphtalate semi cristallin.

Tg : température de transition vitreuse.

****** densité du PLA : 1,25 g/cm³.

II.2.3.B. Classification suivant la forme des constituants

Le domaine des matériaux composites est très vaste. Ceux-ci peuvent être divisés en trois types. La figure II.2 présente une classification schématique des matériaux composites en fonction de la forme des constituants. Nous y distinguons trois catégories principales: les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories [20].

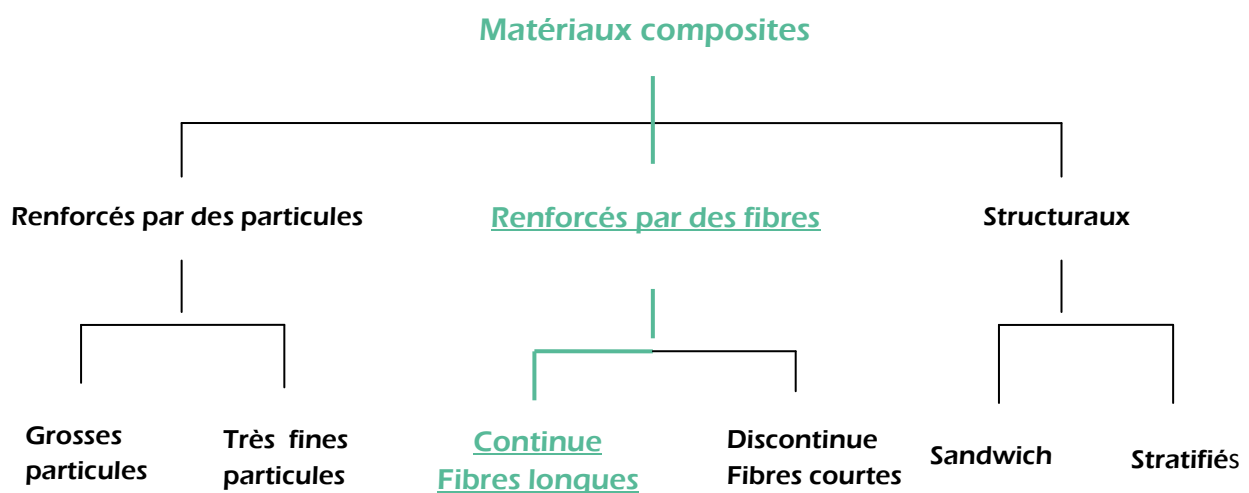


Figure II.2: Classification schématique des différents types de composites [20].

II.3.B.1. Composites à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler comme on veut les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan [21]. Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur les paramètres suivants :

- la nature des constituants,
- la proportion des constituants,
- l'orientation des fibres,

L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. La présente étude sera essentiellement consacrée par la suite à l'étude (la caractérisation) d'un type de ces matériaux.

II.3.B.2. Composites à particules

Un matériau composite est dit composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée [21].

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques.

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporés dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

Les cermets sont également des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à températures élevées. Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à hautes températures [21].

Également, des particules d'élastomère peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragiles, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration.

Compte tenue de leur diversité, les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

II.2.3.C. Classification des composites selon propriétés mécaniques:

On distingue :

- Les matériaux composites dits de “grande diffusion **GD**” dont les propriétés mécaniques sont plutôt faibles mais d'un coût compatible avec une production en grande série ;
- Les matériaux composites dits “hautes performances **HP**”, présentant des propriétés mécaniques spécifiques élevées et un coût unitaire important. Ce sont les plus employés en aéronautique et dans le spatial (voir Tableau II.4)

Résines		Fibres de renfort				
		Verre E	Verre D	Verre R	Carbone	Aramide
Thermodurcissables <u>TD</u>	Polyesters	GD	GD			
	Phénoliques	GD				
	Polyuréthanes	GD				
Thermoplastiques <u>TP</u>	Epoxy		HP	HP	HP	HP
	Polypropylènes	GD				
	PA 6 et 6-6	GD		HP		
	PA 12, PEEK			HP	HP	HP

Tableau II.4 : Synthèse de l'utilisation des résines et renforts.

II.3. Avantages et inconvénients des matériaux composites [22]

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- leur légèreté ;
- leur résistance la corrosion et à la fatigue ;
- leur insensibilité à certains produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants ;
- leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- les coûts des matières premières et des procédés de fabrication exorbitants dans

certains cas ;

- la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

L'industrie des matériaux composites doit donc aujourd'hui relever certains défis tels que :

- la maîtrise des émanations de produits organiques volatiles, par exemple le styrène ;
- la maîtrise des procédés de transformations et des performances des matériaux qui sous entend une très bonne connaissance des constituants mis en place ;
- la mise en place de technologies et des filières pour la gestion des déchets en fin de vie qui est la partie la plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des matériaux composites.

De plus, dans ce dernier point, le recyclage est actuellement très limité parce que le broyage ou les autres procédés sont très coûteux et fournissent une matière de faible qualité.

Ces quelques inconvénients et défis à relever, ont poussé les chercheurs et les pouvoirs publics de part le monde à investir et orienter les recherches vers les ressources renouvelables et biodégradables. D'où notre démarche pour y contribuer à travers le présent travail.

II.4. Mise en œuvre des matériaux composites [23]

La mise en forme des matériaux composites peut avoir lieu par des procédés manuels ou mécanisés. Dans l'ensemble, les outils nécessaires aux procédés mécanisés s'amortissent en produisant en moyenne et grande série; c'est pourquoi les procédés manuels sont plus adaptés à la petite série du point de vue économique.

Parmi les procédés manuels, on distingue:

- la projection simultanée à l'aide d'un pistolet qui dose la proportion fibre/matrice
- le drapage de préimprégnés (catalyse à haute température, souvent sous vide)
- Le moulage au contact
- Le moulage sous vide
- Infusion

Les procédés mécanisés sont:

- Compression des préimprégnés :
 - SMC (initiales de « Sheet Molding Compound » en anglais)
 - BMC (initiales de « Bulk Molding Compound » en anglais)

- Injection :
 - des thermoplastiques renforcés : Moulage par injection
 - des thermodurcissables renforcés :
 - RTM (initiales de « Resin transfer Molding »)
 - R.RIM (Reinforced Reaction Injection Molding) : l'équivalent de la RIM (Reaction Injection Molding) pour les matériaux composites.
- Imprégnation en continu
- Pultrusion : l'équivalent de l'extrusion pour les matériaux composites.
- Pull-winding.
- Estampage des TRE (Thermoplastiques renforcés estampables).
- Enroulement filamentaire.

Parmi les procédés cités ci-dessus, on s'intéresse uniquement aux procédés adéquats aux fibres longues : moulage au contact et infusion. Le moulage au contact sera utilisé lors de l'élaboration de notre matériau.

- **Le moulage au contact** [24]

Le moulage au contact est la technologie de mise en œuvre la plus utilisée dans le secteur de la transformation des matériaux composites. Le principe consiste à imprégner les renforts secs, disposés dans un moule, de résine accélérée et catalysée. Une phase de débullage, à l'aide d'un rouleau est nécessaire afin d'éliminer les inclusions d'air dans la pièce (voir la figure II.3).

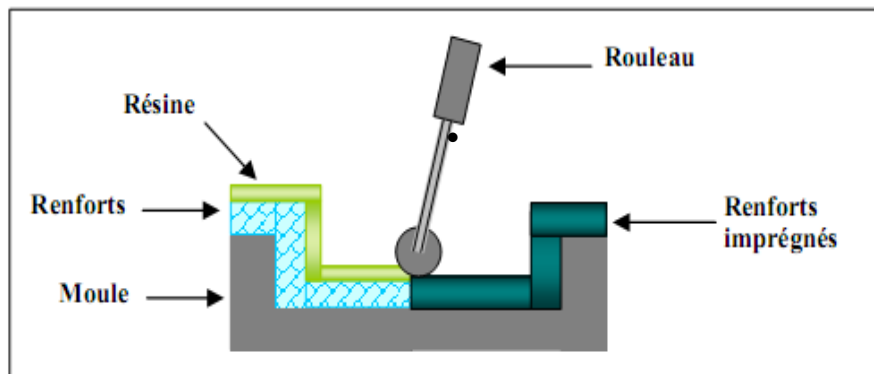


Figure II.3 : Schéma de principe du moulage au contact.

Cette technologie ne nécessite aucun investissement et est très facile d'apprentissage. En revanche, le moulage au contact présente des inconvénients majeurs par rapport à la fabrication de la pièce composite. Contrairement à l'infusion, les taux de renfort restent assez faibles avec cette technologie de mise en œuvre (la quantité de résine nécessaire pour le mouillage de la fibre doit être importante) et l'homogénéité de la pièce dépend fortement de l'opérateur qui stratifie la pièce

composite.

- **Infusion** [24]

Le principe repose sur le dépôt, dans un moule femelle, des renforts secs (tissus, âmes, etc.) qui vont concevoir la pièce composite, et de créer un système étanche à l'air à l'aide d'une bâche à vide. L'infusion consiste ensuite à injecter de la résine, par dépression réalisée sur la pièce, sur les tissus déposés à sec. Les figures II.4 et II.5 illustrent le descriptif complet de cette méthode de mise en œuvre.

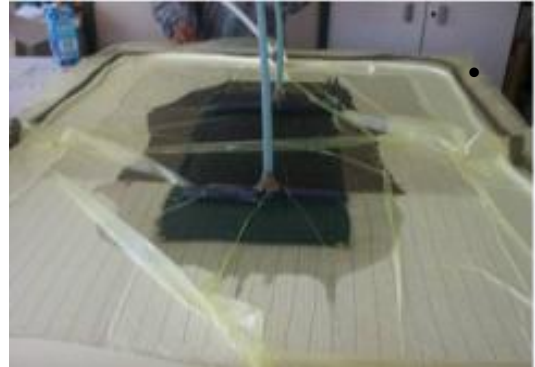
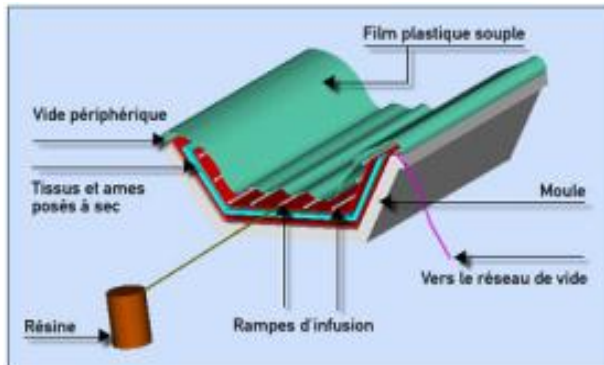


Figure II.4 : schéma de principe de l'infusion

Figure II.5 : infusion des plaques

L'infusion permet d'obtenir d'une part un taux de renfort important, qui varie en fonction de la dépression appliquée sur la pièce et d'assurer d'autre part l'homogénéité du composite.

II.5. Les composites à base de fibres végétales

II.5.1. Les protocoles d'extraction des fibres végétales

Afin d'obtenir des fibres entières individuelles à partir de la matière première (Bois ou plantes), il faut donc dissoudre ou éliminer les lignines de la lamelle mitoyenne qui servent de liant entre les fibres.

Pour cela, il faut préparer ce qu'on appelle la pâte cellulosique par l'un des procédés possibles mécanique, chimique ou mi-chimique

II.5.1.a. Procédés mécaniques :

On appelle pâtes mécaniques le mélange de fibres et de fines particules de bois obtenu en râpant le végétal (méthode manuelle) par usure ou arrachage à l'aide de meules de pierre ou de métal. Les techniques ont beaucoup évolué et ont donné naissance à des sortes de pâtes dont les fibres ont des propriétés mécaniques plus élevées. L'augmentation des résistances mécaniques justifie leur fabrication. Cette dernière nécessite des matériels de raffinage

différents par les systèmes de mise en pression, de chauffage par la vapeur avec sa récupération, et d'imprégnation chimique.

Parmi les avantages que présentent ces pâtes, il y a d'abord l'aspect économique (parce qu'elles nécessitent juste un traitement mécanique assez simple). De plus, il s'agit de libérer les constituants du végétal sans aucune transformation chimique, avec un rendement à son maximum. Puisqu'il n'y a presque aucune dissolution, on distingue une affinité aux agents chimiques (traitement moindre) car les fibres cellulosiques ne sont pas isolées des lignines. Pour cette raison, dans notre travail, on se propose de procéder à une macération du végétal qui vise à détruire une bonne partie d'incrustants, libérant les fibres cellulosiques et permettant une meilleure réception des agents d'imprégnation. Les photos ci-dessous montrent le travail des fibres végétales avec des procédés mécaniques traditionnels. (Figures II.6, II.7, II.8)



Figure II.6

Teillage à la main 1910



Figure II.7

Teillage à la main



Figure II.8

*Teillage avec une machine
1917*

II.5.1.b. Procédés chimique

L'exposé complet de la chimie des pâtes nécessiterait d'autres développements et investigations autres que ceux présentés dans le présent mémoire. Néanmoins, on propose de montrer comment on transforme le végétal pour obtenir les fibres séparément à l'état écu. Le traitement du végétal est appelé cuisson, parce qu'il est pratiqué dans des conditions de température, de temps et de concentration de produits actifs définis : Alcalins, acides.

• Les cuissons alcalines se font :

- A la soude $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$.
- KRAFT au sulfate $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S}$ (Sulfure de Sodium)
- Monosulfite $\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$

• Les cuissons acides se font principalement au bisulfite de magnésium: $\text{SO}_2 + (\text{HSO}_3)_2\text{Mg}$

II.5.1.c. Procédés mi-chimique

La pâte mi-chimique est obtenue par un procédé comprenant un traitement chimique, destiné à éliminer les composants non cellulosiques de la matière, puis un traitement mécanique en raffineurs, afin de séparer les fibres. La masse produite est alors épurée, puis lavée dans des cuves spécifiques ; la liqueur résiduaire étant collectée puis incinérée.

Le principal avantage de cette technique est d'obtenir un niveau de qualité de pâte supérieur aux pâtes mécaniques et un rendement de production supérieur à celui des pâtes chimiques (80% contre 60%).

Les pâtes chimiques ou même mi-chimiques donnent des fibres plus finement séparées, donc plus réceptives surtout aux ajouts d'agents d'imprégnation parce qu'elles sont libres des lignines, bien gonflées et plus réactives chimiquement aux imprégnants.

A titre d'exemple, l'extraction en France des fibres du lin (mais pas seulement le lin) s'effectue en 4 étapes: l'arrachage, le rouissage, le teillage et le peignage.

L'objectif premier de ces opérations est d'éliminer ou de séparer les constituants autres que les faisceaux de fibres. Le second est de diviser au maximum ces faisceaux pour qu'ils contiennent un minimum de fibres unitaires. On arrive alors à la fibre dite « technique ». [25] Lorsque la plante est mature, elle est donc fauchée ou arrachée puis déposée sur le champ ou stockée immédiatement. Selon le procédé utilisé, la paille est laissée plus ou moins longtemps sur le sol :

- Dans le cas du lin précisément, la paille reste plusieurs semaines au soleil, à la pluie et au vent, afin de favoriser le développement de microorganismes. Ces microorganismes s'alimentent des matières pectiques qui sont responsables de la cohésion des fibres au sein des faisceaux. Par cette action, la cohésion devient plus faible et les fibres seront plus facilement extraites et affinées. Cette étape importante est appelée le *rouissage*. Il peut être plus au moins complet et permettre de préparer la matière aux opérations suivantes.
- Dans le cas du chanvre, la paille reste de quelques jours à quelques semaines au champ pour être séchée, ce qui permet d'initier le processus de rouissage.
- Dans le cas du miscanthus, elle est récoltée puis stockée rapidement. Différentes méthodes de rouissage existent : rouissage à terre, rouissage à l'eau, rouissage chimique ou enzymatique. Cette étape, quasiment incontournable pour le lin destiné à l'industrie textile, est assez modérée pour le chanvre afin de préserver les qualités de la

moelle pour le marché des litières animales : le développement des micro-organismes est signe d'une moindre qualité pour ce marché. Une fois sèche (~15% d'humidité) la paille est mise en balles. Après stockage, les balles sont amenées sur le site d'extraction des fibres. Ce principe permet de maintenir un flux constant de matière tout au long de l'année. La paille subit ensuite une première série d'opérations mécaniques [26].

II.5.2. Le traitement de surface

L'utilisation de fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites peut poser des problèmes de cohésion avec la matrice. Il y a effectivement un certain nombre de difficultés associées à l'intégration de ces fibres dans les matrices polymères, en particulier l'incompatibilité fibre-matrice. L'adhérence fibre-matrice peut être améliorée par la modification de la topologie de la surface de la fibre.

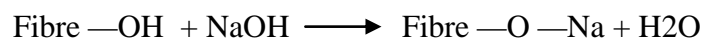
Divers traitements permettent la modification de la surface des fibres. Ces traitements améliorent la mouillabilité de la fibre avec la matrice et créent un lien fort à l'interface fibre-matrice. Une bonne adhérence à l'interface contribue à son tour, à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent les propriétés mécaniques sont accrues.

Les fibres de renfort peuvent être modifiées par des méthodes physiques ou chimiques. Les méthodes physiques, telles que l'étirage, le calandrage, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, les UV, plasma... modifient les propriétés structurales et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec les polymères.

Les modifications chimiques comprennent des traitements avec de la soude, du silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), de l'acide acétique, ou encore des molécules à base de benzoyl, etc. [27]

Un des traitements les plus répandu est le traitement alcalin. Le traitement alcalin des fibres naturelles, appelé aussi mercerisage, est la méthode couramment utilisée pour produire des fibres de haute qualité.

Le schéma de la réaction est le suivant :



Plusieurs techniques de modification de surface des fibres naturelles ont fait l'objet de nombreuses citations dans la bibliographie. Il a été clairement établi que cette technique est la plus utilisée. Le processus d'alcalinisation affecte les fibres naturelles et apporte une nette

performance vis à vis la qualité de l'adhérence fibre-matrice. Ce traitement augmente la surface de contact fibre/résine. Certains auteurs préconisent que cette amélioration est due à l'élimination des composés non cellulosiques (couches cuticules cireuses, huiles et impuretés) de la surface. Ainsi, il conduit à une amélioration de la liaison interfaciale entre la fibre et la matrice. Le traitement alcalin est souvent pratiqué pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose, et à éliminer les impuretés naturelles et artificielles. Il permet aussi de promouvoir la fibrillation des faisceaux. La concentration de l'alcali, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres essentiels du processus de traitement. L'optimisation de ces paramètres contribue sans aucun doute à l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau composite. En revanche, le traitement alcalin peut aussi avoir un effet néfaste sur les fibres végétales par des risques d'endommagement des fibres si les conditions de traitement ne sont pas optimisées [28].

Bibliographie du chapitre II

- [17] SCD (service commun de la documentation) Doc'INSA, Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites :
docinsa.insa-lyon.fr/these/2000/ducret/chapitre1.pdf
- [18] Saber Benferdi, Caractérisation du comportement micromécanique d'un matériau composite par différentes approches mathématiques, Mémoire de magister, Université Mentouri, Constantine, 2010.
- [19] Makhloufi Nouredine, Simulation numérique de la fissuration des composites par fatigue, Mémoire de Magister, Université El-Hadj Lakhdar, Batna, 2012.
- [20] David Sedan, Etude des interactions physico chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, France, 2007.
- [21] CompoMechAsia, Généralités sur les Matériaux Composites,
www.compomechasia.com/IMG/pdf/Chapitre_01-2010.pdf
- [22] El Hadji Babacar LY, Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, France, 2008.

- [23] Encyclopédie électronique sur site web : www.wikipédia.com
- [24] CARMA, Glossaire des matériaux composite renforcés de fibres d'origine renouvelable, (Centre d'Animation Régional En Matériaux Avances), Actualisation décembre, 2006.
- [25] Pierre Ouagne, Composites à fibres naturelles: Enjeux et Utilisations, Laboratoire PRISME Mécanique des Matériaux Hétérogènes, Université d'Orléans, France, 19/05/2008
- [26] Clément Meirhaeghe, Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux, Etude réalisée pour le compte de l'ADEME (Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie) – Projet ressource végétale, France, 2011.
- [27] DO THI Vi Vi , Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Thèse de doctorat, Université De Grenoble, 2006.
- [28] M. Rokbi, H. Osmani, L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa, 20^{ème} Congrès Français de Mécanique, 2011.

III.1. Introduction

Ce chapitre illustre les différentes techniques expérimentales utilisées. Il s'agit de la présentation de la matière première utilisée pour la confection du matériau, les traitements effectués sur les fibres d'alfa ainsi que les différentes analyses.

III.2. Matériau utilisé :

Le matériau composite élaboré et étudié est constitué d'une matrice en polyester renforcé de fibres longues d'Alfa. Le matériau sera réalisé avec un empilement unidirectionnel. La **Figure III.1** présente un schéma de mise en œuvre du composite à élaborer.

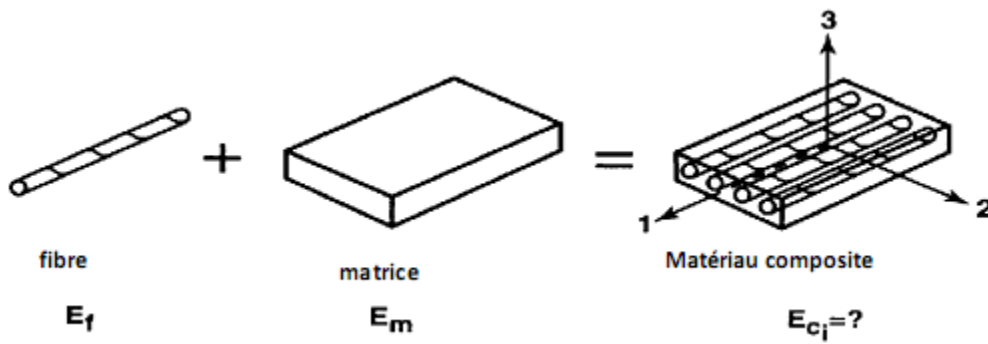


Figure III.1 : Schéma typique du procédé d'élaboration du composite.

Les fibres peuvent prendre les arrangements : carré, hexagonale ou aléatoire. Dans notre cas, l'arrangement des fibres est pratiquement aléatoire. Les moyens techniques ne permettent pas de maîtriser l'arrangement, celui-ci étant fait manuellement (Figure III.2).

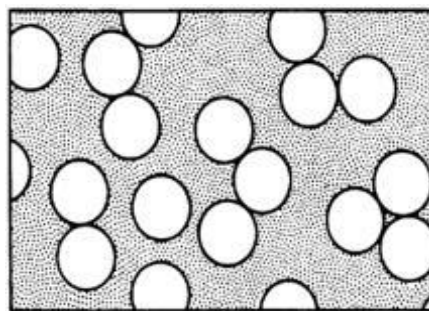


Figure III.2: Schéma arrangements de fibres (disposition aléatoire).

III.2.1. Fraction massique et volumique :

A) Détermination de la fraction massique v_{mf} :

La fraction massique v_{mf} des fibres est exprimée par :
$$v_{mf} = \frac{mf}{mc}$$

Où : m_f : est la masse de fibres d'alfa

m_c : est la masse de composite

B) Détermination de la fraction volumique v_{vf} :

La fraction volumique v_{vf} des fibres est exprimée par :
$$v_{vf} = \frac{\rho_c}{\rho_f} v_{mf}$$

Où : ρ_c : est la masse volumique de composite

ρ_f : est la masse volumique de fibres

v_{mf} : est la fraction massique de fibres

C) Mesure de densité de matériau composite :

Pour la détermination de la masse volumique de composite, nous avons utilisé deux méthodes :

a) Méthode des volumes :

Cette technique est très simple. Elle est donnée par le rapport de la masse de l'échantillon par son volume. Selon la formule suivante :

$$\rho_c \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{M}{V}$$

b) Méthode d'Archimède :

Elle consiste à peser l'échantillon dans l'air (m_{air}) puis dans l'eau distillée (m_{eau}). La densité du matériau ρ_c est donnée par la relation suivante :

$$\rho_c \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{m_{air} \cdot \rho_{eau}}{m_{air} - m_{eau}}$$

Le tableau suivant donne la densité de l'eau ρ_{eau} en fonction de la température.

T (°C)	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
ρ_{eau} (g/cm ³)	0.9991	0.9989	0.9988	0.9986	0.9984	0.9982	0.9980	0.9978	0.9975	0.9973	0.9970

Tableau III.1: Densité de l'eau distillée en fonction de la température

La fraction massique des fibres est déterminée par pesée à l'aide d'une balance électronique. L'appareil de mesure utilisé est une balance Sartorius IE 214S (0,1mg) muni d'un accessoire spécifique de pesée (représenté ci-dessous) Figure III.3.



Figure III.3 : Dispositif de mesure.

III.2.1. La fibre végétale Alfa :

La présentation de la fibre végétale Alfa a été faite dans le premier chapitre. La fibre d'Alfa se présente sous forme d'une feuille enroulée de forme circulaire ou parfois elliptique. Dans notre étude la fibre d'Alfa utilisée provient des montagnes d'Ain M'lila à l'ouest de Wilaya d'Oum El Bouaghi au nord-est Algérien. A noter que la région d'Oum El Bouaghi est une région semi-aride. Le taux de pluviométrie est relativement faible.

III.2.2. Polyester insaturé (UP) :

C'est une résine de large diffusion. Une grande proportion de cette résine est utilisée dans l'élaboration des composites dans de nombreux secteurs industriels. Le polyester insaturé (UP) est un polyester isophtalique thixotropique et pré-accélééré avec de bonnes propriétés mécaniques. Il est spécialement conçu pour la stratification et le moulage en contact [28].

La résine polyester insaturé est constituée de monomère (le styrène). La réticulation s'effectue à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxyde organique et d'un accélérateur. Elle passe successivement de l'état liquide puis elle se gélifie et enfin la solidification. La réaction est exothermique. La température de la résine augmente progressivement jusqu'à son maximum pour redescendre ensuite lentement à la température ambiante. Cette réaction exothermique définit le temps du cycle de fabrication. On note que la réaction de durcissement

dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabriqué (épaisseur, etc.), de la nature et du dosage du système catalytique.

III. 3. Méthodes expérimentales

III.3.1. Préparation des fibres Alfa :

III. 3. 1. 1. Sélection des feuilles d'Alfa :

La sélection des feuilles est basée essentiellement sur la couleur (vert à vert clair). On procède à une sélection primitive des feuilles en se débarrassant de toute feuille contenant des taches (blanche, marron, noire ...etc.) ou toute autre anomalie physiologique quelconque. Cette étape permet de limiter les sources de dispersion des résultats, particulièrement ceux des essais de traction sur les fibres.



Figure. III.4 : Feuilles d'Alfa sélectionnées.

III.3.1.2. Extraction des fibres d'alfa :

Plusieurs démarches et protocoles sont faits avant d'adopter la solution optimale pour l'extraction des fibres d'alfa.

III.3.1.2.1. Extraction chimiques :

Cette extraction a été faite au sein du laboratoire de biologie à l'université de Sidi Bel-Abbès. Les étapes de cette procédure sont les suivantes :

a. Préparation du résidu pariétal.

Le résidu pariétal est obtenu par une technique qui consiste à dilapider, à dépigmenter et à éliminer les sucres libres et les tanins de notre résidu pariétal. Le résidu pariétal ainsi obtenu

contient les pectines, les lignines, la cellulose et les hémicelluloses. L'organigramme suivant présente les différentes étapes pour la préparation du pariétal.

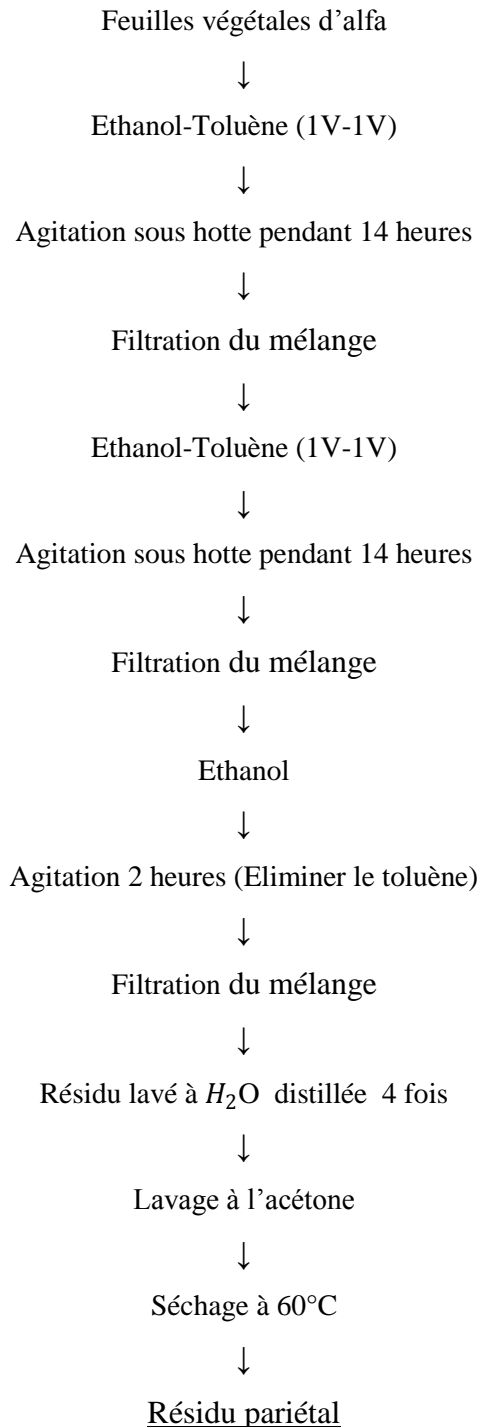


Figure III-5: Protocole expérimental pour la préparation du résidu pariétal.

b. Extraction des lignines.

Il est difficile de séparer les celluloses des hémicelluloses lorsque ces composés sont liés à la lignine. Le protocole suivant est suivi pour dissocier les lignines des autres composés.

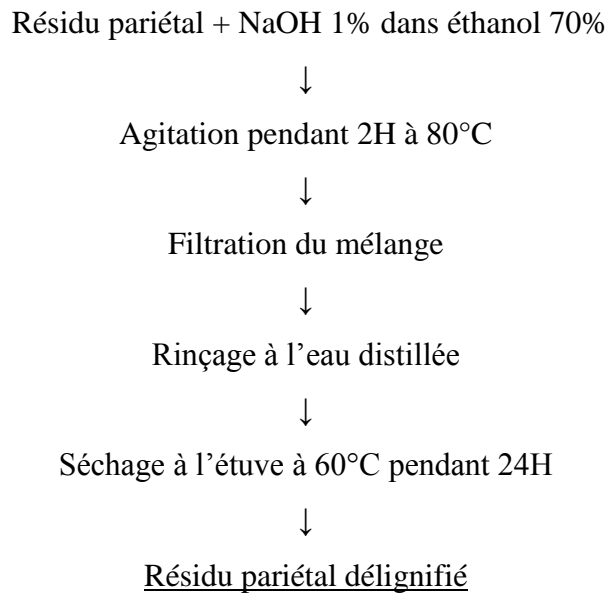


Figure III.6: Protocole expérimental pour la délignification du résidu pariétal.

III.3.1.2.2. Extraction par Rouissage :

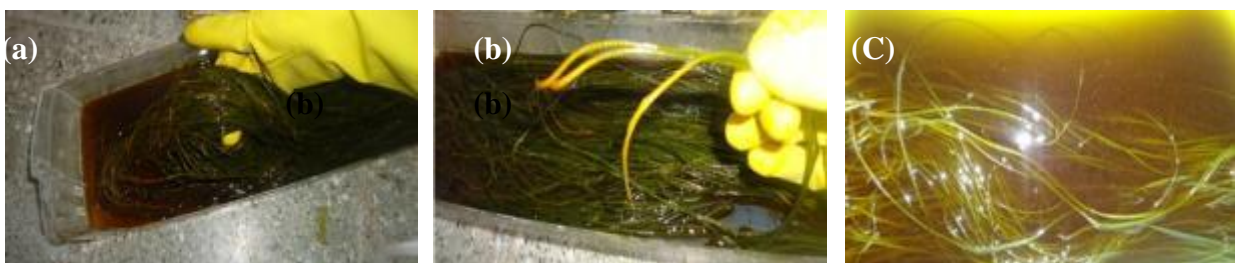
Différentes méthodes de rouissage existent pour l'extraction des fibres : rouissage à terre, rouissage à l'eau, rouissage chimique ou enzymatique.

Dans notre cas, des feuilles d'Alfa sont déposées, à l'abri du soleil, sur une parcelle de terrain nu (sur de la terre) durant plusieurs semaines. Les fibres sont arrosées de façon journalière avec de l'eau. Ensuite le défibrage s'effectue manuellement avec une aiguille.

III.3.1.2.3. Extraction par Traitements chimiques (alcalin) des fibres :

L'extraction des fibres d'alfa dans notre cas a été faite selon le procédé mi-chimique. Ce procédé consiste à traiter un échantillon du végétal (environ 400gr d'alfa), chaque 100 gr d'alfa est immergée dans une solution de soude caustique NaOH (14 %) pendant 48 Heures. Cette opération a pour but de libérer les fibres des substances incrustantes (lignines, hémicelluloses et pectines...).

Les paramètres influant sur l'efficacité sont la durée de macération et la concentration du délignifiant NaOH. Le traitement des fibres est effectué à température ambiante (35°C en été). Les fibres sont abondamment rincées avec de l'eau distillée. Cette opération est suivie par un défibrage manuel avant le séchage avec une aiguille (Figure III.7). Les fibres sont ensuite séchées (Figure III.5 (f)).



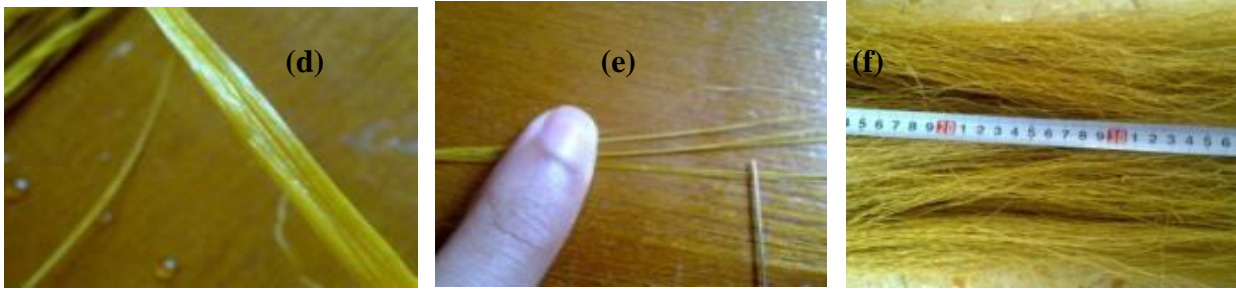


Figure III.7 : Traitements chimiques des feuilles d'alfa.

(photos : a, b, c) : Etapes des traitements

(photo : d) : Apparence des fibres dans la feuille d'alfa traitée avant l'extraction.

(photos : e, f) : Extraction des fibres

Pendant le traitement chimique, on voit bien l'initiation de la séparation des fibres (Figure III.8)



Figure III.8 : Séparation des fibres d'alfa après le traitement chimique.

III.3.2. Préparation des éprouvettes de traction :

Avant de tester le matériau composite fibre d'alfa/polyester, nous avons envisagé de caractériser la fibre d'alfa. La stratégie expérimentale consiste à effectuer une série de tests de traction sur les fibres d'alfa, quelque soit le procédé d'extraction.

Le but de cette première étape est de connaître le procédé d'extraction qui donne les meilleures fibres du point de vue résistance à la traction.

Pour éviter toute influence des mors de serrage sur les résultats expérimentaux, les éprouvettes constituées uniquement de fibres sont équipées par des talons aux extrémités. Nous avons préparé un premier lot de 46 éprouvettes pour tester les fibres brutes, un deuxième constitué de 35 éprouvettes pour les tester fibres traitées chimiquement et un troisième composé de 39 éprouvettes pour les fibres provenant du procédé de rouissage.

La longueur utile des éprouvettes de traction est égale à 100mm pour chaque type d'éprouvettes (Figure. III. 9).



Figure. III.9. : Eprouvettes de traction réalisées.

III.3.3. Elaboration des composites Alfa/Polyester:

III.3.3.1. Préparation des tissus unidirectionnelles

Cette étape du processus consiste à disposer les fibres en nappes unidirectionnelles. C'est une opération manuelle où les fibres longues sont fixées parallèlement et uniformément sur des cadres carrés confectionnés en bois avec une longueur de 300mm et une largeur de 210mm (Figure III.10).



Le moule

Figure III.10. Confection des tissus unidirectionnels

III.3.3.2. Procédé de mise en forme (Le moulage au contact)

Comme la plupart des procédés de mise en forme des matériaux composites, le moulage en contact nécessite l'utilisation d'un moule. Concernant le mode opératoire, on distingue les étapes suivantes :

- Préparation du mélange [résine (polyester) + 2% de durcisseur]
- des couches de *renforts* (30 % en poids) et de *résine* liquide catalysée sont déposées successivement sur le moule ; chaque couche est déposée manuellement. Ensuite on procède à la débullation (enlèvement des bulles d'air) du composite avant la

gélification de la résine à l'aide d'un rouleau. L'élimination des inclusions d'air (*débullage*) est une étape essentielle.

- Après le durcissement par polymérisation de la résine, la pièce est démoulée et détournée (étape de finition de la pièce).

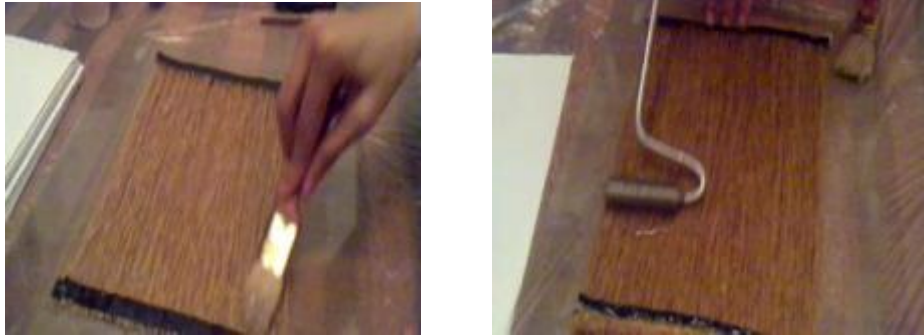


Figure III.11 : Illustration du procédé de moulage au contact.

III.3.3.3. Préparation des échantillons :

Le composite finale est réalisé avec un empilement de 16 couches d'Alfa/polyster à l'intérieur d'un moule d'épaisseur 3,5 mm d'empreinte rectangulaire (300 x 210) mm².

On découpe les éprouvettes avec une fraise scie d'épaisseur 0,5mm aux dimensions préconisées à chaque type d'essai (Figure III.12).



(a) Découpage des éprouvettes



(b) : Eprouvette de traction finies.

Figure III.12 : Préparation des éprouvettes de traction.

III.4. Techniques de caractérisation

Dans ce qui suit, nous allons décrire les techniques utilisées et les démarches suivies lors des différentes étapes des caractérisations.

III.4.1. Caractérisations mécaniques

Les essais sont effectués au niveau du laboratoire des matériaux non métalliques (LMNM – Université Ferhat Abbas de Sétif). Pour les essais de traction et de flexion 3 points, nous avons utilisé une machine de traction-compression universelle de type ZWICK/ROELL Z50. Le banc d'essai est équipé de mors auto serrant et d'une cellule de force ayant une capacité de 5kN. Son pilotage se fait par le logiciel TESTEXPERT qui permet à la fois de consigner les paramètres d'essais, d'acquérir et de traiter les données.

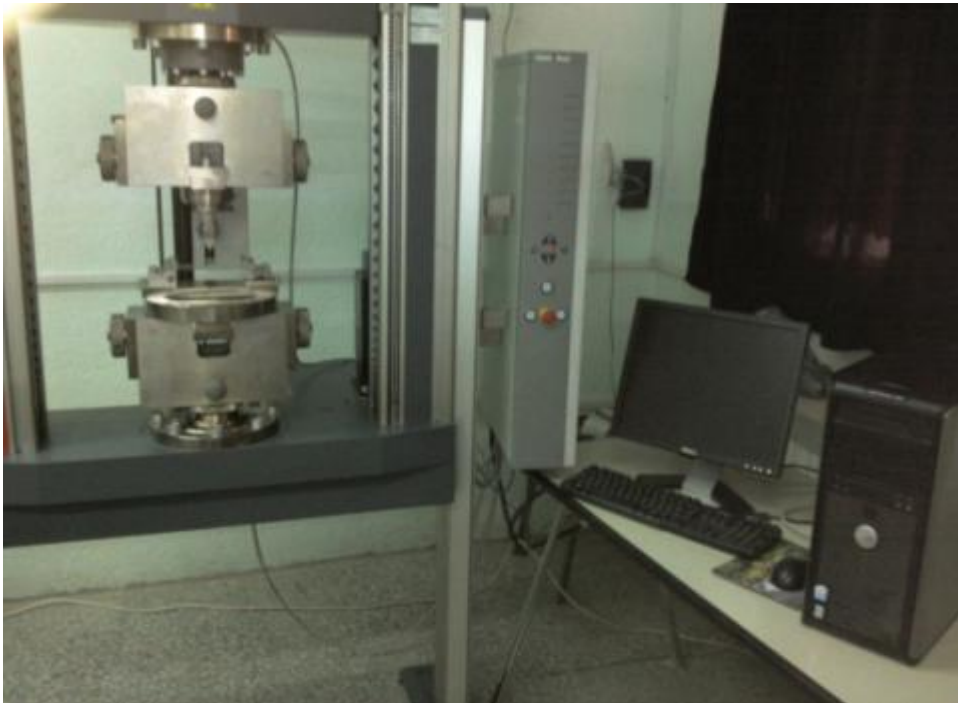


Figure III.13 : Machine de traction Zwick/Roell Z50.

III.4.2. Essai de traction sur les fibres

Lors des essais de traction sur les fibres, nous avons constaté que la contrainte ultime présente une dispersion relativement importante comme nous allons le voir dans le quatrième chapitre. Cela provient du fait que la rupture est liée à la présence de défauts préexistants.

Pour cette raison, nous avons introduit la notion de distribution des contraintes à la rupture (statistique de Weibull).

Dans ce cadre, nous avons testé les toird lots de fibres cités dans le paragraphe III.3.2. ci-dessus, en rappelant :

- 1) lot de fibres brutes (n=46, n étant le nombre d'éprouvettes testées).

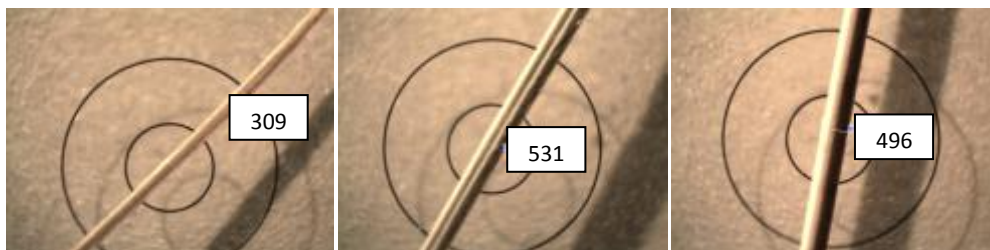
- 2) lot de fibres traitées par rouissages (n=39)
- 3) lot de fibres traitées (n=35)
- 4) lot de fibres traitées vieilles comporte (n=34)
 - La longueur utile des fibres est de 100 mm.

III.4.2.1. Analyse statistique

Vu la dispersion des résultats, l'obtention d'une valeur moyenne ne peut refléter la réalité de la contrainte à la rupture des fibres. Une étude statistique s'avère indispensable. Étant donné que les fibres présentent un comportement fragile, la rupture s'initie habituellement à la racine d'une fissure ou d'un défaut. La fibre peut être idéalisée par une chaîne dont les différents maillons partagent la même charge mais ont des résistances ultimes différentes. Il y aura rupture de la chaîne ou de la fibre lorsque la contrainte axiale aura atteint la valeur de la contrainte ultime du lien le plus faible. Ce concept est souvent désigné par la **Théorie du Lien Faible (TLF)**. De plus, la répartition et la taille des défauts, ou plutôt la résistance ultime d'un lien, suit une certaine distribution statistique. En effet, les défauts sont généralement introduits par des causes inconnues ou hors contrôle dont la somme des effets peut être modélisée par une distribution statistique. L'analyse par la méthode de Weibull est un outil adéquat pour le traitement de ce type de résultat. L'annexe I [3] fait l'objet de la présentation de cette théorie. Tout cela sera détaillé dans le quatrième chapitre.

III.4.2.2. Mesure de la section de fibre

Nous avons mesuré le diamètre en (μm) des différentes fibres, que ce soit des fibres brutes, traitées (par NaOH et Rouissage) et les fibres vieilles. L'appareil utilisé pour cette mesure est un microscope optique. Les photos sont montrées sur la **Figure III.14**.



(a) : fibres traitées (Naoh) ; (b) : fibres brutes ; (c) : fibres rouissage brutes

Figure III.14 : Mesure des sections des fibres par un microscope optique.

Nature des fibres	Diamètre des fibres en (μm)
Fibres brutes	531
Fibres traitées chimiquement NaOH	309

Fibres vieilles (rouissage)

496

III.5. Essais sur composites:

Les caractéristiques mécaniques fondamentales du matériau composite alfa/polyester sont déterminées par les essais de traction et de flexion trois points en tenant compte des normes liées à ces essais ainsi que du respect des dimensions des éprouvettes testées.

III.5.1. Essais en traction :

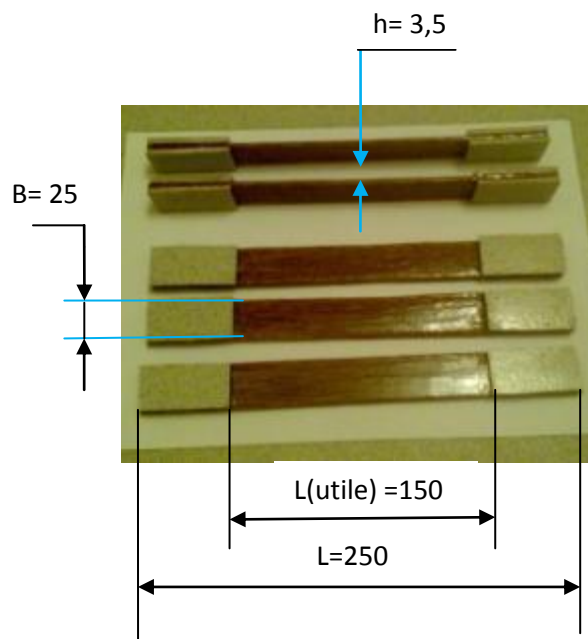
Pour les essais de traction, nous avons élaboré et testé un lot de cinq éprouvettes.

La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min.

Les dimensions des éprouvettes de traction selon la norme ISO 527-4 et -5 [4] sont les suivantes : Epaisseur $h \times$ largeur $b \times$ longueur $L=3,5 \times 25 \times 250$ mm ;



(a) : Montage de l'éprouvette



(b) : dimensions de l'éprouvette de traction alfa/polyester

Figure III.15 : Eprouvette de traction alfa/polyester.

III.5.2 Essais de flexion trois points :

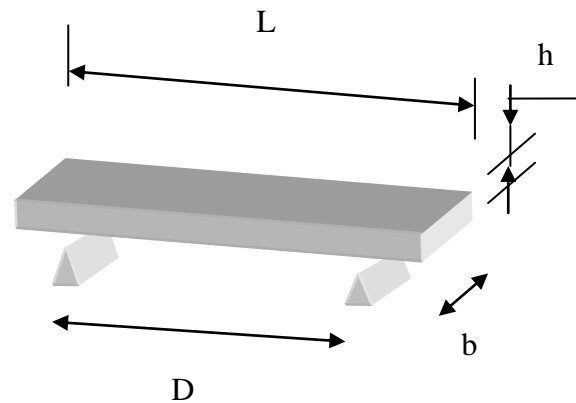
Les essais de flexion trois points sont effectués sur des éprouvettes parallélépipédiques de dimensions $(h \times b \times L) = (3,5 \times 20 \times 80)$ mm³, selon la norme ISO 14125 [4] (voir Figure III.16). L'écartement entre les deux points d'appui de l'éprouvette noté D est de 60mm. La vitesse de

déplacement de traverse mobile est de 1mm/min, jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Les valeurs de la force et de déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément. Les différentes caractéristiques peuvent être estimées grâce aux relations de la RDM et de la mécanique des milieux continus suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3.F.D}{2.b.h^2}$$

$$\varepsilon_f = \frac{6.h.Y}{D^2}$$

$$E = \frac{D^3.F}{4.b.h^3.y}$$



(a) : Montage de flexion 3 points ; (b) : Schéma de l'éprouvette de flexion

Figure III.16 : Dispositif pour la flexion trois points.

IV.1. Introduction :

L'objectif principal de ce travail est d'une part l'élaboration d'un matériau composite à base de fibre d'alfa et matrice polyester, ce qui a été fait et démontré dans le chapitre III. D'autre part, nous nous sommes fixé pour objectif de mener une étude expérimentale afin d'évaluer les caractéristiques mécaniques du matériau réalisé. Or, nous avons à travers cette étude que le traitement chimique a une incidence sur les fibres. En conséquence, nous avons décidé d'évaluer l'effet du traitement alcalin sur la morphologie et sur les propriétés mécaniques des fibres traitées afin d'optimiser les paramètres d'élaboration des composites fibres Alfa/polyester.

Dans ce qui suit, nous présentons les différents résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

IV. 2. Caractérisations mécaniques des fibres d'alfa :

Dans un premier stade, la caractérisation mécanique des fibres est primordiale. Nous avons mené des séries d'essais de tractions sur quatre lots de fibres d'alfa (brutes, traitées par la soude caustique, par rouissage et par vieillissement thermique). Une attention particulière sera alloué à l'effet du traitement chimique sur les propriétés mécaniques.

IV. 2. 1. Fibres d'alfa brutes :

Lors des essais de traction, les fibres brutes présentent un comportement linéaire élastique. La figure IV. 1 présente l'allure de la courbe charge/déplacement en traction des fibres d'alfa brutes. Ces dernières ont un comportement fragile. On constate qu'il y a une importante dispersion au niveau de la charge à la rupture. Ce constat n'est valable que si on considère que toutes les fibres ont pratiquement la même section. Cette dernière, reste une supposition car il faudrait disposer de beaucoup de temps et de moyens pour mener une investigation afin de mesurer le diamètre (la section) de toutes les fibres testées pour en avoir la certitude ou la dénégation.

Les pentes des courbes charge-déplacement sont pratiquement semblables avec une certaine dispersion.

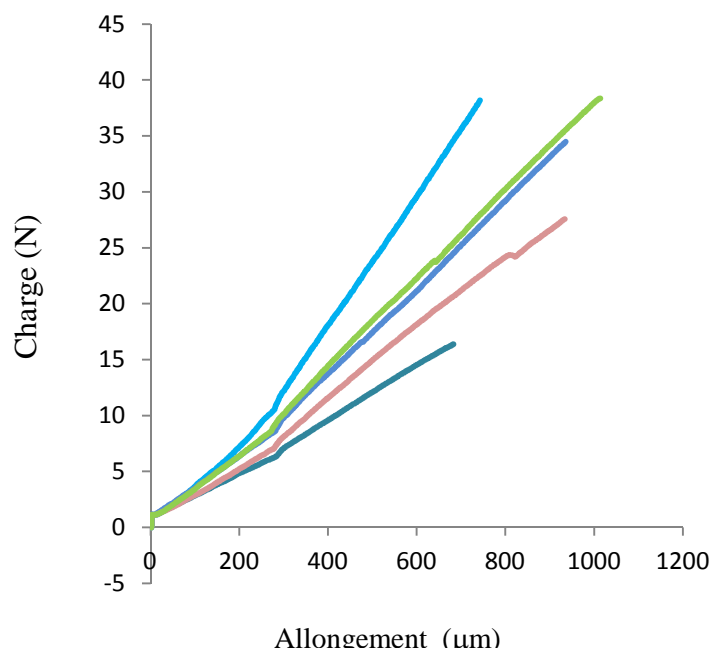


Figure. IV. 1. Courbes charge-allongement des fibres d'alfa brutes.

Les valeurs moyennes de la charge à la rupture et l'écart-type des fibres d'alfa brutes (lot de 46 fibres, $L_u=100$ mm) et de section prédite ($0,221$ mm²) est :

- F_{moy} à la rupture est 40,42 N
- **Ecart-type** de l'ordre de 9,25

La valeur de l'écart-type indique la présence de défauts présentant des caractéristiques différentes (localisation, taille, sévérités).

Les causes de cette dispersion sont de deux types selon les investigations de :

- Causes intrinsèques : elles sont liées aux conditions de croissance des fibres, à la variété, à la situation de la fibre dans la plante, à l'hétérogénéité des fibres et à la différence de cristallinité de la cellulose d'une zone à une autre.
- Causes extrinsèques : elles sont liées aux conditions des essais. On observe par exemple que le collage d'une fibre n'assure pas une détermination précise de la longueur de jauge, la colle enrobe parfois par capillarité une partie de la fibre. A noter aussi que l'humidité ambiante modifie les propriétés de la fibre.

Les valeurs moyennes de la charge à la rupture et l'écart-type des fibres d'alfa brutes et les fibres ayant subies des traitements sont portées le tableau IV.1 ci-dessous avec :

- Fibres traitées par rouissage (lot de 39 fibres, $L_u=100$ mm) et de section $S=0,193$ mm².
- Fibres traitées par NAOH (lot de 35 fibres, $L_u=100$ mm) et de section $S=0,075$ mm².
- Fibres vieilles (lot de 34 fibres, $L_u=100$ mm) et de section $S=0,075$ mm².

	Type de traitement	F_{moy} à la rupture (N)	Ecart-type	Coefficient de variation empirique	Section prédite (mm ²)
Fibres non traitées	Fibres brutes	40,42	9,25	22,88	0,221
Fibres traitées	Fibres traitées par rouissage	32,70	7,75	23,70	0,193
	Fibres traitées par NAOH	28,03	7,30	26,04	0,075
	Fibres vieilles	20,61	5,67	27,51	0,075

Tableau IV.1 : Charge à la rupture moyenne et écart-type des fibres d'Alfa.

On constate qu'il y a une dispersion importante des valeurs de la charge à rupture (le coefficient de variation empirique est supérieur à 15% dans tous les cas : voir tableau IV.1). Il apparaît clairement à travers une lecture des valeurs portées sur le tableau IV.1 que toute interprétation de résultats n'est significative que par une étude statistique.

IV. 2.2. Aspect statistiques

L'approche probabiliste propose de décrire la rupture en termes d'homogénéité et de sévérité de ces défauts. Nous avons utilisé la loi de Weibull pour décrire le comportement fragile des fibres végétales d'alfa. Concrètement les contraintes à la rupture obtenues sont classées par ordre croissant et une probabilité de rupture leur est associée.

IV. 2.2.1. Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à deux paramètres (m, F_0) :

Sous l'hypothèse de l'existence d'un seul type de défauts et que $F_u=0$.

F_u est le seuil de la charge en dessous de la quelle il n'y a pas de rupture possible, et m est le module de Weibull (voir plus de détail en annexe).

L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés.

- **Application aux résultats des fibres brutes**

La modélisation par la fonction de distribution de Weibull est appliquée dans un premier temps aux résultats obtenus lors des essais effectués sur les fibres brutes. Il en sera de même pour les autres résultats expérimentaux tirés à partir des essais sur les fibres traitées. L'histogramme des valeurs de la charge de rupture est reporté sur la figure IV. 2 dans le cas des fibres brutes. Le tracé de la fonction de densité de la charge de rupture englobe presque la totalité des points expérimentaux. Donc, on constate que la distribution des valeurs expérimentales suit la distribution de Weibull à deux paramètres.

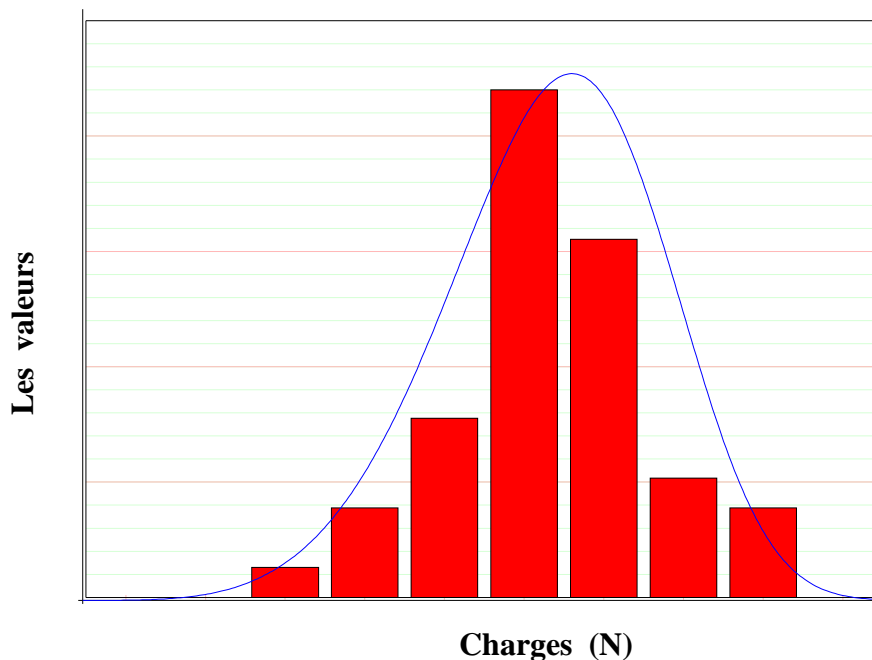


Figure. IV. 2: Densité de probabilité (Weibull à deux paramètres) : cas des fibres brutes.

La figure IV.3 présente la droite d'ajustement par la méthode des moindres carrés. Un écart est constaté entre la droite et les points de la courbe des résultats expérimentaux.

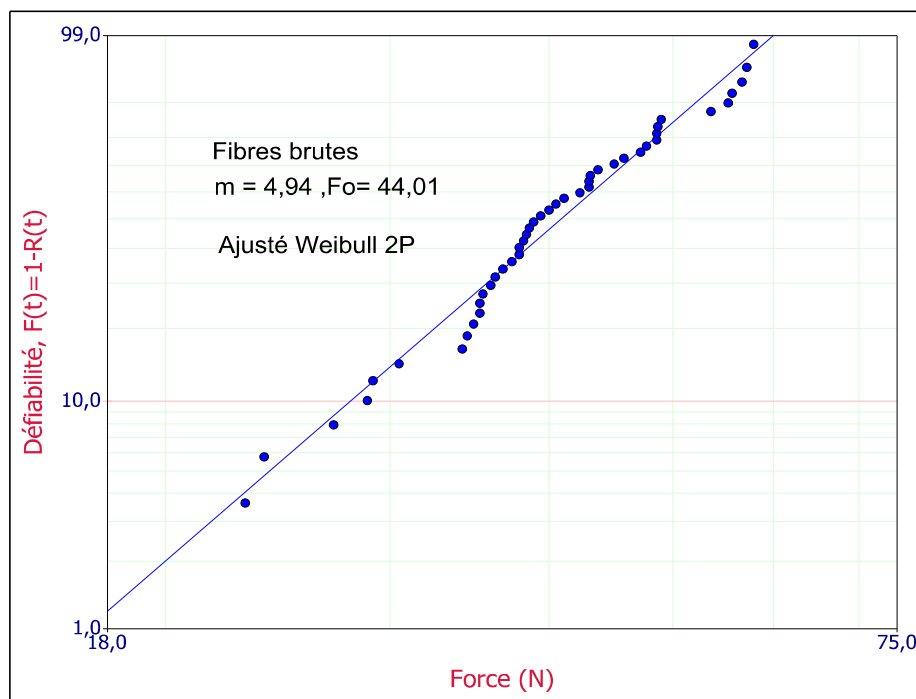


Figure. IV.3 : Défiabilité de rupture de fibres brutes (Weibull à deux paramètres).

Sur l'ordonnée de la courbe Défiabilité/Force de la figure IV.3, $R(t)$ représente la probabilité que la fibre ne soit pas rompue (voir annexe).

On remarque que la distribution de Weibull à deux paramètres est très proche des résultats expérimentaux. Cela nous conduit à prédire que la rupture des fibres végétales d'alfa brutes est due à une seule catégorie de défaut. La confirmation de ces résultats nécessite une sélection physique ou un traitement chimique des fibres.

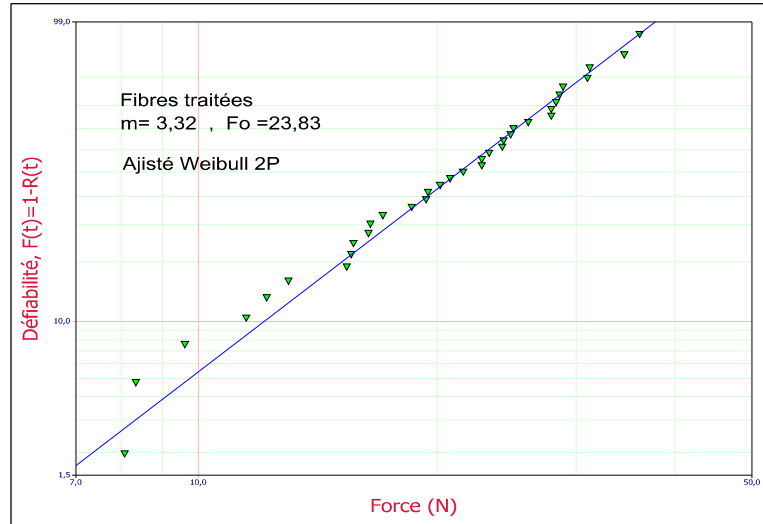
Les valeurs des différents paramètres de Weibull (2 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes sont :

- $m = 4,94$ et $F_0 = 44,01$ (N)

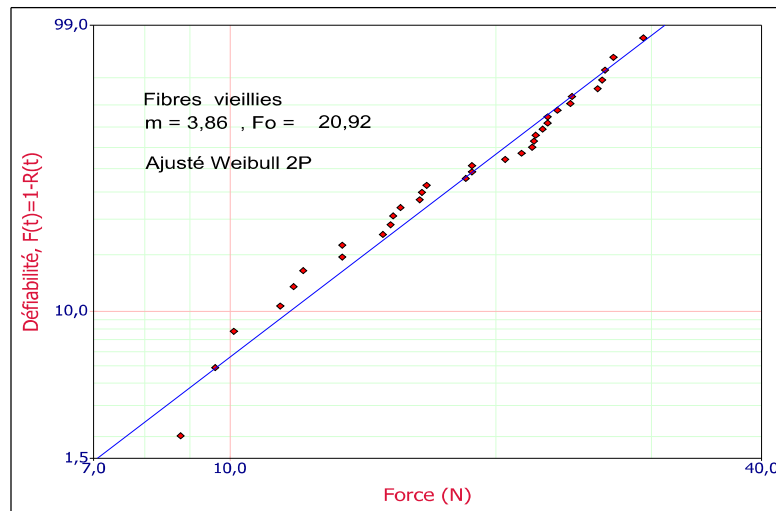
Le même raisonnement que pour les fibres brutes, est suivi pour le traitement des résultats obtenus à travers les essais sur les autres fibres (traitées).

- **Application aux résultats des fibres traitées**

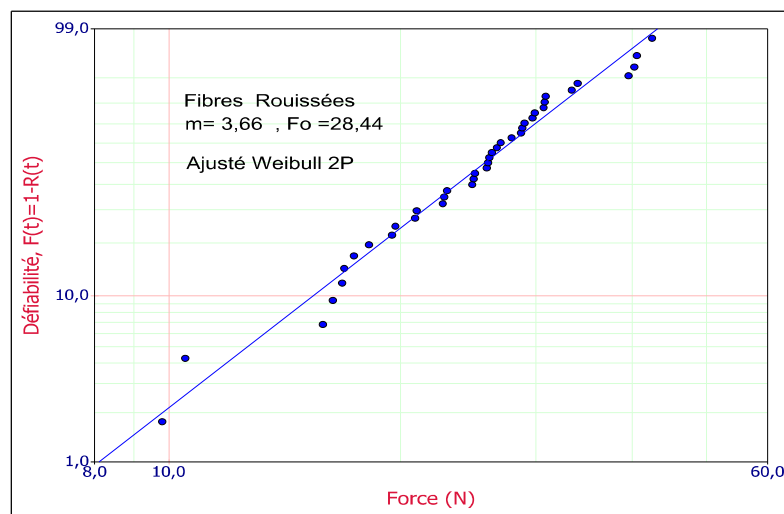
La Figure. IV.4 présente la droite d'ajustement par la méthode des moindres carrés des fibres traitées par rouissage, par la soude caustique et par vieillissement.



(a) traitées par rouissage



(b) : traitées par la soude caustique



(c) vieilles

Figure IV.4: Défaillibilité de rupture de fibres (Weibull à deux paramètres).

* **Comparaison entre les résultats des quatre lots de fibres :**

Une comparaison entre les quatre modélisations précédentes est présentée au tableau IV.2. L'écart entre les points expérimentaux de la courbe des résultats et la droite de modélisation est toujours présent, mais celui-ci n'est pas excessif. Les paramètres caractéristiques par la modélisation sont portés sur le tableau IV.2 ci-après.

	m	F₀ (N)
Fibres brutes	4,94	44,01
Fibres traitées par rouissage	3,66	28,44
Fibres traitées par NAOH	3,32	23,83
Fibres vieilles	3,86	20,92

Tableau IV.2 : Charge à la rupture moyenne et écart-type des fibres d'alfa.

IV. 2.2.2. Modélisation des résultats par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres (m, F₀, F_u) :

On considère qu'il existe une seule population de défaut avec $F_u \neq 0$. L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés. Les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées sur le tableau IV.3.

	m	F₀(Mpa)	F_u (Mpa)
Fibres brutes	5,13	45,66	-1,6
Fibre traitées par rouissage	3,4	26,56	1,7
Fibres traitées par NAOH	3,75	26,63	-2
Fibres vieilles	2,65	15,17	5,41

Tableau IV.3: Paramètres de Weibull (3 paramètres) issu de la modélisation de la rupture des fibres.

* **Comparaison entre les deux types de modélisation :**

Les résultats obtenus en appliquant une modélisation à trois paramètres sont portés dans la figure IV.5 (b).

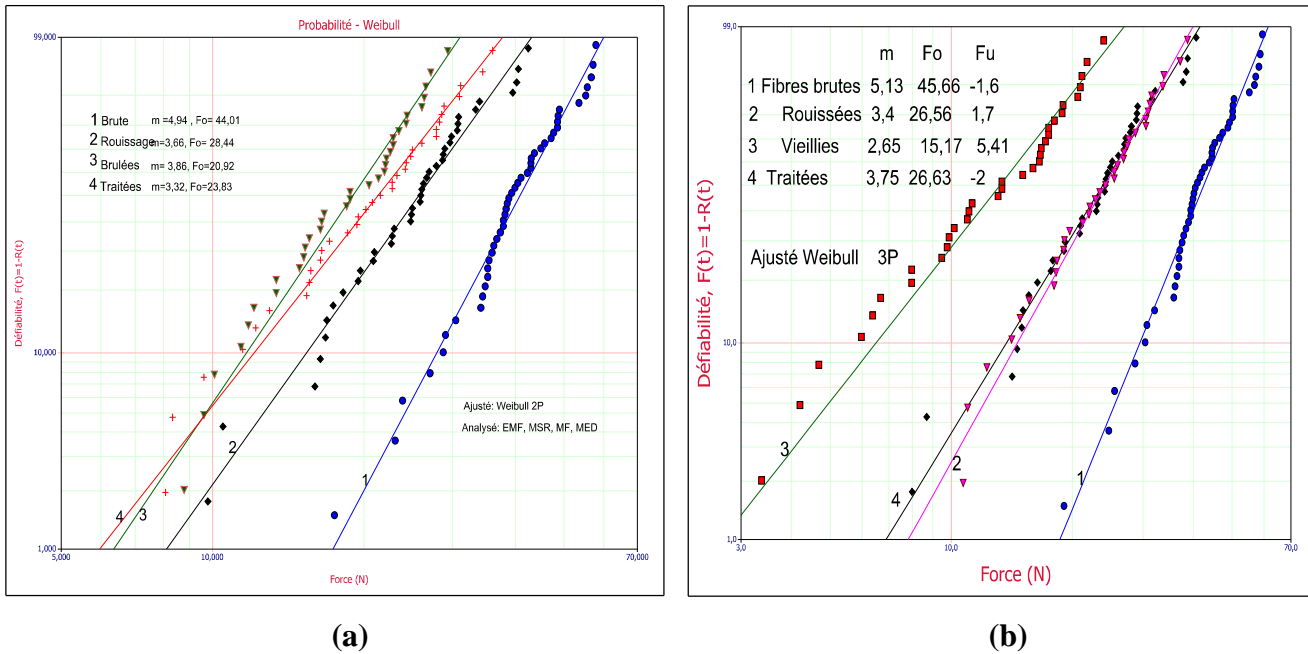


Figure. IV.5 : Comparaison entre les deux types de modélisation de la défiabilité de rupture Weibull à deux paramètres(a) et à trois paramètres(b).

La Figure. IV.5 permet de comparer les deux types de modélisations. Dans la modélisation à trois paramètres, le module de Weibull et le paramètre d'échelle sont pratiquement identiques à ceux de l'hypothèse à deux paramètres. On remarque que la distribution de Weibull à deux paramètres est la plus adéquate. Les fibres brutes et les fibres traitées par la soude caustique et par vieillissement ont des comportements similaires. Donc les traitements de surface par la soude et par le vieillissement appliqué n'influent pas sur les défauts ou peuvent avoir une influence mais d'une manière négligeable qu'on ne peut détecter avec les essais effectués.

Par contre, on constate que pour les fibres traitées par rouissage, la distribution de Weibull à trois paramètres semble être la plus proche des résultats expérimentaux, d'où les fortes suspicions que deux types de populations de défauts existent.

IV. 2.2. Module de Young apparent :

Sous l'hypothèse que la section des fibres est circulaire et constante, nous avons mesuré le diamètre. Celui-ci permet le calcul de la section de la fibre, la contrainte à la rupture σ^r et le module de Young apparent.

Après application numérique, la valeur du module de Young apparent en traction pour les fibres d'alfa traitées par la soude est de l'ordre **31,8 GPa**,

IV. 3. Caractérisation de composite fibre Alfa/polyester:

IV. 3. 1. Densité apparente de composite :

En utilisant les deux méthodes dites méthode des volumes et méthode d'Archimède évoquées dans le chapitre III, nous avons calculé la densité apparente du composite alfa/polyester. Les résultats sont indiqués dans le tableau IV.4.

	Méthode des volumes	Méthode d'Archimède
Densité	1,124	1,246

Tableau IV.4 : Densité apparente du composite étudié.

IV.3.2. Calcul de la fraction massique et la fraction volumique de renfort :

A. Fraction massique :

La fraction massique des fibres d'alfa traitées par la soude caustique est obtenue par le calcul du rapport de la masse des fibres (73g) par la masse de composite élaboré (219,2 g).

Une application numérique nous donne : $m_f = 0,333 \Rightarrow 33,3 \%$

B. Fraction volumique :

La valeur de la fraction volumique des fibres est : $v_f = 0,297 \approx 30\%$.

IV. 3.3. Essai de traction sur le matériau composite :

Plusieurs tentatives sont faites pour élaborer un composite avec le moins de défauts possibles. Notre attention à surtout était portée sur l'élimination des bulles d'air qui peuvent produire des résultats erronés et rendre toute interprétation de résultats d'essais fausse. La figure IV.7 présente un des défauts dans le composite élaboré (présence d'air piégé).

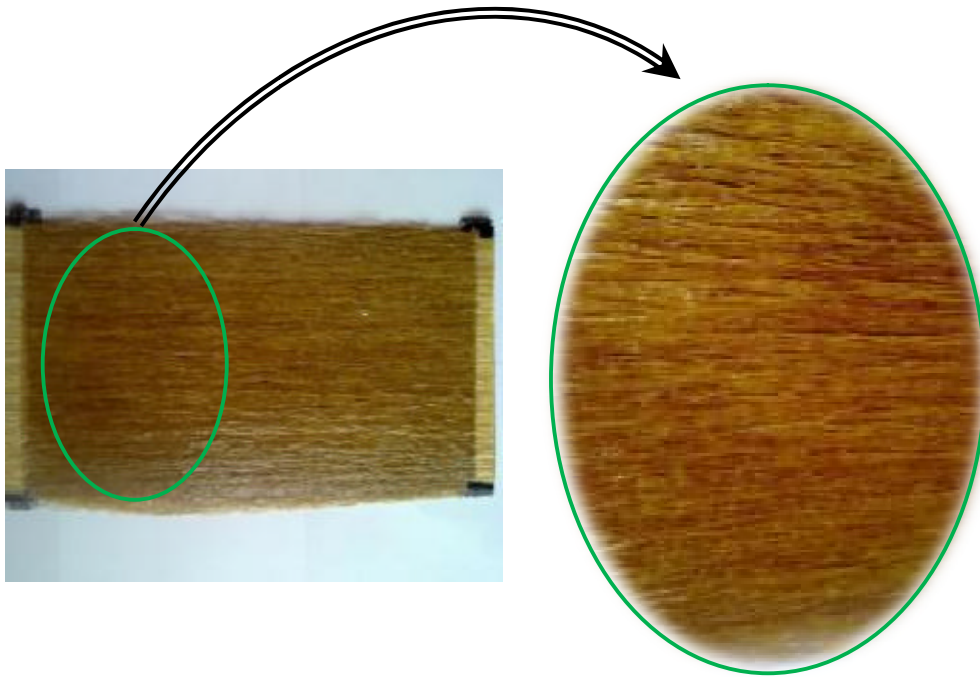


Figure. IV.7 : Présence d'air piégé dans la résine.

IV.3.3.1. Comportement mécanique du composite alfa/polyester élaboré :

Les propriétés mécaniques dans un composite dépendent principalement de la teneur en fibres, de leur orientation, mais aussi de la qualité du transfert de charge à l'interface fibre-matrice. Ceci est particulièrement vérifié pour le composite renforcé par des fibres longue. Le transfert d'efforts entre la fibre et la matrice a lieu au niveau de leur interface et joue un rôle essentiel dans le comportement du composite.

A. Résistance à la rupture :

La figure IV.7 présente un exemple typique de courbe charge/allongement obtenue après un essai de traction sur une éprouvette parallélépipédique du composite alfa/polyester (fraction volumique=30%, fibres traitée par la soude caustique 14%).

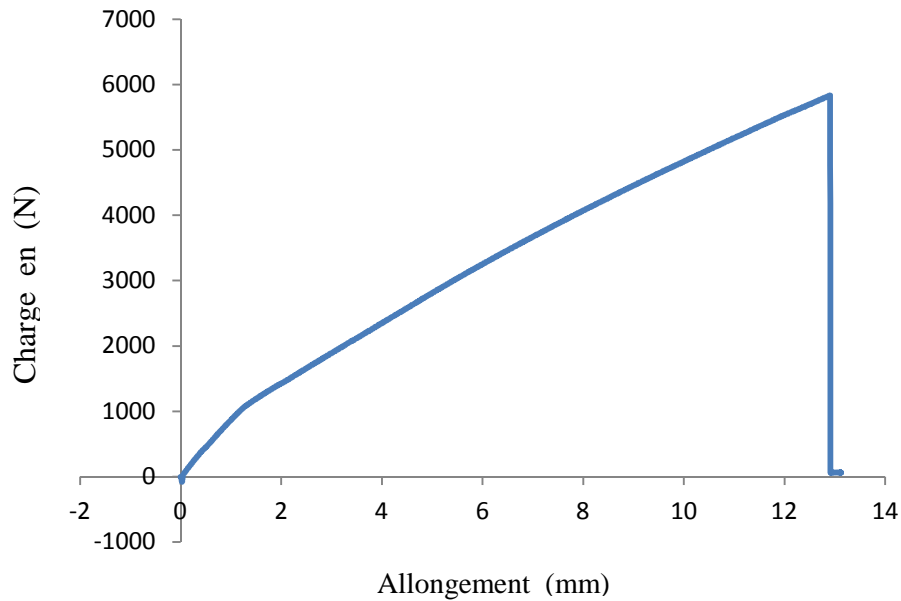


Figure. IV.7 : Exemple de courbe charge-allongement après un essai de traction sur une éprouvette composite Alfa /UP.

L'analyse des résultats est faite en se basant sur l'évolution de la charge en fonction de l'allongement (Figure. IV.7). Pour le composite, cette évolution s'effectue selon les deux phases suivantes :

- Une première phase élastique linéaire caractérisée par un module élastique E .
- Une seconde phase caractérisée par la rupture fragile brutale de l'éprouvette.

Les valeurs moyennes de la charge à la rupture des cinq éprouvettes et l'écart-type sont :

- F_{moy} à la rupture = 5894 N ; la contrainte à la rupture correspondante est de : 67,36 Mpa.
- **Ecart-type** = 752

B. Module de Young :

La valeur du module de Young apparent en traction pour le composite alfa/polyester est de l'ordre **853,16 GPa** (Résultat obtenu à partir de de cinq essais).

C. Faciès de rupture :

La Figure IV.8 présente les faciès de rupture du composite alfa/polyester par la soude caustique. On constate que la rupture se situe toujours dans la zone de la longueur utile de l'éprouvette. Les deux principales constatations sont les suivantes :

- Il y a très peu de fibres déchaussées.
- On note que la plupart des fibres se rompent dans le plan de la fissure matricielle, ce qui confirme la nature fragile du composite.

Cela nous amène à conclure que l'adhésion fibre/matrice est bonne. Il n'y a pas de décohésion entre les fibres et la matrice, donc le traitement des fibres semble être adéquat.



Figure IV.8 : Faciès de rupture du composite polyester-Alfa (Fibres traitées chimiquement : par la soude caustique).

IV. 3. 3. 2. Essai de flexion trois points :

A. Resistance à la rupture :

La Figure IV.9 présente un exemple de courbe Charge/Flèche obtenue à partir des essais de flexion sur éprouvettes parallélépipédique de composite alfa/polyester (fraction volumique=30% et fibres traitées par la soude caustique à 14%).

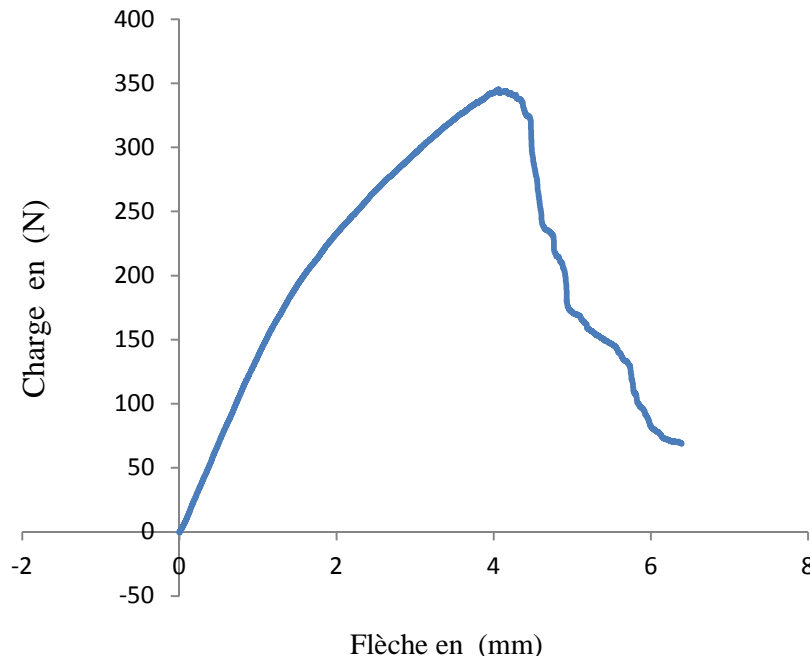


Figure. IV.9 : Exemple de courbe charge-flèche après un essai de flexion 3 points

Le comportement observé se traduit selon les phases suivantes :

- Une première phase élastique linéaire caractérisée par un module élastique E .
- Une deuxième phase où la courbe perd sa linéarité initiale traduisant ainsi le début de l'endommagement du composite,
- Au-delà de la force maximale, le composite montre un comportement à la rupture de type contrôlé. Ce type de comportement est lié à la nature de l'interface fibre-matrice. On note aussi la contribution de la contrainte de cisaillement. Le rôle des fibres dans cette partie consiste principalement à limiter la progression de la microfissure.

Les valeurs moyennes de la charge à la rupture des cinq éprouvettes et l'écart-type sont :

- F_{moy} à la rupture = 340 N et la contrainte est de : 124,90 MPa.
- **Ecart-type** = ± 29

B. Module de Young en flexion :

La valeur du module de Young apparent en flexion pour le composite alfa/polyester est égale à **7,18 Gpa** avec un écart-type de $\pm 2,36$.

IV.3.3.3. Comportement mécanique du polyester (la matrice) :

A. Résistance à la rupture :

La figure IV.10 présente un exemple typique de courbe charge/allongement obtenue après un essai de traction sur une éprouvette parallélépipédique de polyester.

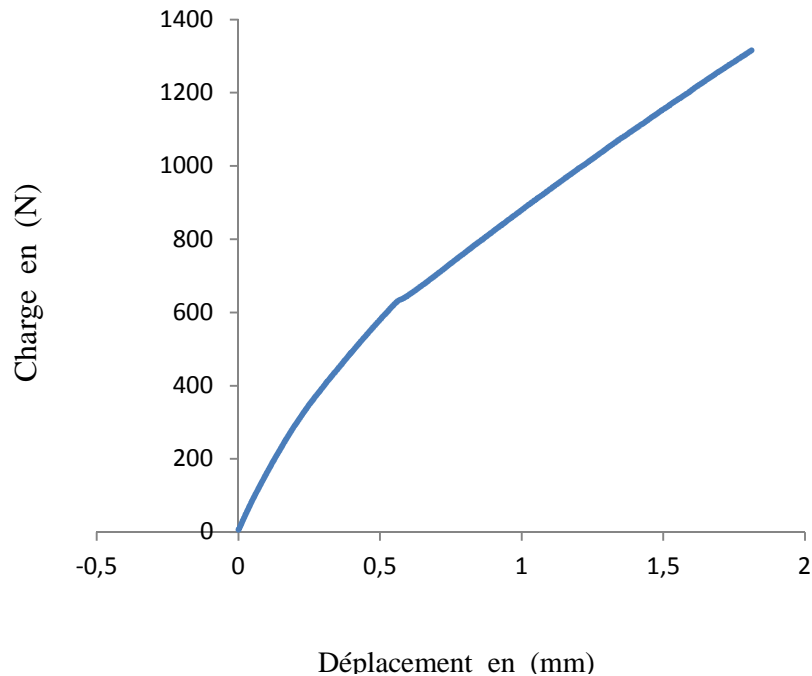


Figure. IV.10 : La courbe charge-allongement après un essai de traction. (Eprouvette de polyester).

Le type de comportement observé se caractérise par un comportement linéaire et fragile. La valeur de la charge à la rupture est de **1320 N** et la contrainte à la rupture est de **15 MPa**.

A. Module de Young :

La valeur du module de Young apparent en traction pour la matrice de polyester utilisée de deux pentes égale à **869,7 MPa**.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion Générale

L'objectif principal de ce travail était de développer un éco-composite à matrice polymérique et à renfort de fibres de cellulose.

Les fibres sont obtenues à partir d'alfa (plante végétale). Nous nous sommes intéressés aux composites à base de fibres végétales alfa et matrice polyester. Nous avons particulièrement axé une partie de cette étude aux méthodes d'extraction des fibres à partir du végétal. Les traitements étudiés pour l'extraction des fibres sont :

- Traitement chimique par la soude caustique,
- Le rouissage
- Le vieillissement thermique.

L'ensemble des traitements chimiques, enzymatiques et thermique a été réalisé sur les fibres avant la préparation des matériaux composites. Cela nous a conduits à utiliser plusieurs techniques de caractérisation afin d'obtenir le maximum d'information sur les propriétés mécaniques. Les résultats expérimentaux nous ont permis de comparer les différents traitements et d'étudier leur influence sur la résistance à la traction.

Le traitement alcalin dégrade l'état de surface de la fibre ce qui permet une meilleur adhésion à l'interface fibre/matrice polymérique.

Pour caractériser mécaniquement la fibre Alfa à travers des essais de traction, et vu les dispersions enregistrées après les essais expérimentaux, nous avons utilisé la loi de Weibull. Suite à cela, le module de Young a été estimé.

D'autre part, nous avons montré que les traitements par la soude caustique, par rouissage et par vieillissement thermique, n'améliorent pas les propriétés mécaniques des fibres. Cela a été fait en déterminant la valeur maximale de la résistance à la rupture en traction et du module de Young.

La deuxième partie de notre travail a consisté à étudier les propriétés du composite élaboré à base de polyester et de fibres d'alfa traitées par NaOH. Nous avons étudié le comportement mécanique (par des essais de traction et de flexion 3 points) en déterminant les modules de Young et les charge moyennes à la rupture. Le module de Young a été estimé.

Une compréhension plus complète du comportement de ce nouveau type de matériau ouvre de larges perspectives d'études. On peut citer à titre d'exemple : l'étude de l'optimisation des paramètres et des procédés mis en œuvre, l'étude du comportement sous chargement dynamique, l'étude des effets d'environnement (température et humidité) sur le comportement du matériau, ... etc.

D'une façon générale, et pour avoir les résultats les plus proches de la réalité (exactes), il faudrait :

- Calculer la section réelle des fibres par différentes techniques de mesures (traitement d'image, microscope électronique, ...)
- Utiliser des machines performantes avec des capteurs fiables et des mors adéquat pour le maintien des fibres.

A noter aussi que l'introduction des fibres d'alfa dans une matrice polyester n'est pas nécessairement pour l'amélioration des propriétés mécaniques. En effet, les fibres d'alfa ont pour rôle aussi d'améliorer la ténacité du polyester et la dégradabilité du matériau. Ce qui leur confère une valeur ajoutée.

ANNEXE

1. Analyse de Weibull

L'analyse semi-empirique de Weibull est souvent utilisée dans le cas des matériaux fragiles. Elle consiste à relier la probabilité d'une population échantillons survivants à un essai de chargement.

On divise la fibre en N segments dans lesquels la contrainte est supposée uniforme est égale à σ_i . La probabilité pour qu'un segment soit rompu à la contrainte σ_i est $F(\sigma_i)$. $F(\sigma_i)$ est la fonction de densité de probabilité définie par :

$$F(\sigma_i) = \int_0^{\sigma_i} f(\sigma) d\sigma \quad (1)$$

Si σ_R est la résistance théorique à rupture du matériau :

$$F(\sigma_R) = \int_0^{\sigma_R} f(\sigma) d\sigma = 1 \quad (2)$$

La probabilité qu'un maillon ne soit pas rompu à la contrainte σ_i est égale à $(1-F(\sigma_i))$ et la probabilité R, que toute la fibre ne soit pas rompue est donnée par :

$$R = \prod_{i=1}^N (1 - F(\sigma_i)) \quad (3)$$

Si l'on suppose que la contrainte dans la fibre est uniforme et égale à σ :

$$R = (1 - F(\sigma))^N \quad (4)$$

La probabilité pour que la fibre soit rompue est alors :

$$\text{Pr}(\sigma) = 1 - R = 1 - (1 - F(\sigma))^N \quad (5)$$

En utilisant l'approximation de poisson, $\lim_{n \rightarrow \infty} \left(1 - \frac{x}{n}\right)^n = \exp(-x)$ on obtient :

$$(1 - F(\sigma))^N = \exp(-NF(\sigma)) \quad (6)$$

Le nombre de maillons est supposé proportionnel à la longueur L de la fibre, ce qui permet d'écrire $NF(\sigma) = L\Phi(\sigma)$ où la fonction Φ reste à déterminer. Weibull a proposé pour cette fonction la forme empirique suivante :

$$\Phi(\sigma) = \frac{(\sigma - \sigma_u)^m}{\sigma_0^m}, \sigma > \sigma_u \quad (7)$$

$$\Phi(\sigma) = 0, \sigma \leq \sigma_u \quad (8)$$

Avec :

- σ_u : contrainte seuil en dessous de laquelle il n'y a pas de rupture possible.
- σ_0 : facteur d'échelle. C'est la contrainte pour laquelle la probabilité de rupture est de 0.63 pour un volume c'est une contrainte de normalisation sans signification scientifique.
- σ : la contrainte appliquée.
- m : paramètre rendant compte de la largeur de la distribution.

Ce paramètre caractérise la dispersion de la taille des défauts. Une valeur élevée du paramètre m indique que les défauts le long de la fibre ont une taille relativement similaire. Une faible valeur de m révèle que les défauts présents à la surface de la fibre ont des dimensions très diverses et donc entraînent la rupture pour des valeurs de contraintes très différentes.

Dans la plupart des cas pratiques, le seuil de rupture est très faible et l'on peut considérer que $\sigma_u \approx 0$. La probabilité de rupture d'une fibre subissant une contrainte σ est alors donnée par :

$$\Pr(\sigma) = 1 - \exp\left[-L\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (9)$$

Plusieurs méthodes pour déterminer les paramètres de Weibull m et σ_0 à partir des données expérimentales. Elles peuvent être réparties en deux catégories.

- Celles qui consistent à linéariser l'équation (9) appelées Linearized Methods.
- Celles basées sur l'ajustement des données expérimentales avec l'équation (9) appelée Non Linear Equation Methods.

➤ **Méthode graphique (Linear regression LR)**

La méthode graphique (LR) peut être dérivée à partir de l'équation (9)

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-p_i}\right)\right) = m \ln(\sigma) - m \ln(\sigma_0) + \ln(L) \quad (10)$$

Le problème principal de la méthode réside dans l'estimation des valeurs de l'estimateur p_i de telle manière que les valeurs de m et σ_0 calculées soient les estimateurs impartiaux des valeurs réelles.

Généralement la valeur de p_i est estimée par une fonction connue sous le nom d'indice de probabilité (ou estimateurs). Quatre fonctions différentes des indices ont été prédites dans la littérature par de nombreux auteurs et sont donnés ci-dessous

$$P = \frac{i-0.5}{n} \quad (11.a) \qquad P = \frac{i}{n+1} \quad (11.b)$$

$$P = \frac{i-0.3}{n+0.4} \quad (11.c) \qquad P = \frac{i-3/8}{n+0.25} \quad (11.d)$$

Avec n : le nombre total d'échantillons testés

i : le numéro d'ordre de l'éprouvette

L'estimateur 1 (11.a), est la valeur moyenne de la fonction de densité empirique avant et après le saut au σ_i . L'estimateur 2 (11.b) est la valeur de rang moyenne. Les deux autres indices de probabilité (l'estimateur 3(11.c) et l'estimateur 4(11.d)) sont des approximations de la valeur de rang médiane.

Pour tracer le diagramme de Weibull correspondant à une fibre, on effectue des essais de traction sur un lot d'éprouvette (en pratique, une vingtaine d'échantillons sont testés). Tous les échantillons ont la même longueur L .

Une fois les essais effectués, on classe par ordre croissant les contraintes de rupture obtenues. $\sigma_1 \leq \sigma_2 \leq \dots \leq \sigma_i \leq \sigma_{i+1} \leq \dots \leq \sigma_n$ (n étant le nombre total d'échantillons testés). Ensuite, les valeurs de p_i sont calculées. Le module de Weibull et la contrainte caractéristique sont alors estimés par régression linéaire. La question qui se pose est l'utilisation de ces estimateurs est comment décentré le module de Weibull et la contrainte caractéristique prévu.

➤ **.Méthode de maximum de vraisemblance**

L'une des méthodes les plus importantes d'estimation des paramètres d'une fonction de densité de probabilité est la méthode de maximum de vraisemblance. Le principe de la méthode est de maximiser la fonction de la densité de probabilité pour une fonction de densité de probabilité $f(x, a, b)$, a et b sont des paramètres de distribution et x la variable. La fonction de probabilité est définie par :

$$LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b) = \prod_{i=1}^n f(x_i, a, b) \quad (12)$$

L'idée est d'estimer, les paramètres a et b qui maximisent la fonction L . Il est plus commode de travailler avec le logarithme de la fonction.

Pour la fonction de densité de probabilité de Weibull (cas général) nous avons

$$\begin{aligned} \ln(LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b)) &= \ln(\prod_{i=1}^n f(x_i, a, b)) = \\ \ln\left(\prod_{i=1}^n (abx_i^{b-1} e^{-ax_i^b})\right) & \end{aligned} \quad (13)$$

L'analyse algébrique de l'équation (12) permet d'écrire:

$$\begin{aligned} \ln(LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b)) &= n\ln(a) + n\ln(b) + \sum_{i=1}^n (b - \\ & 1)\ln(x_i) - \sum_{i=1}^n ax_i^b \end{aligned} \quad (14)$$

Après la différenciation de LH on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial b} LH &= \frac{n}{b} + \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \sum_{i=1}^n ab\ln(x_i)x_i^b \\ \frac{\partial}{\partial b} LH &= \frac{n}{b} - \sum_{i=1}^n x_i^b \end{aligned} \quad (15)$$

Les maxima de LH sont obtenus lorsque (A.14) et (A.15) soient nulles donc (a, b sont des maximum). Il s'ensuit qu'on peut dériver les équations suivantes:

$$\frac{n}{b} + \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \frac{n \sum_{i=1}^n \ln(x_i)x_i^b}{\sum_{i=1}^n x_i^b} = 0 \quad (16)$$

$$a = \frac{n}{\sum_{i=1}^n x_i^b} \quad (17)$$

Après résolution de l'équation (16) par des méthodes numériques et la substitution dans l'équation (17) le deuxième paramètre a est obtenu.

2. Weibull bimodal

Parfois la fonction de répartition uni-modale ne s'adapte pas bien avec les données expérimentales. Ceci est synonyme de l'existence de plus d'un type de défauts. Par conséquent, la fonction de répartition multimodale est impérative pour pouvoir confirmer l'existence de plus d'une population de défauts. La fonction de répartition bimodale cumulative de Weibull basée sur la présence de deux sortes de défaut est décrite comme suit:

$$F(s) = 1 - \left(p \exp \left[- \left(\frac{s}{s_{01}} \right)^{m_1} \right] + q \exp \left[\left(\frac{s}{s_{02}} \right)^{m_2} \right] \right) \quad (18)$$

$$p + q = 1 \quad (19)$$

p et q sont des parties de populations à faible et haute effectif respectivement m_1 , m_2 ,

s_{01} s_{02} sont les facteurs de forme et d'échelle pour les parties de population à faible et haute effectif respectivement.

La fonction de densité de probabilité de la distribution de Weibull peut être obtenue en différenciant la fonction cumulative de répartition. Généralement, la partie à faible effectif est produite par des défauts provoqués par les dommages extérieurs pendant la manipulation et la partie de haute résistance est dû aux défauts internes.