## **REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

#### MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE





# **UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1** FACULTE DE TECHNOLOGIE **DEPARTEMENT DE MECANIQUE**

Laboratoire d'étude et de recherche en technologie industrielle

# THESE DE DOCTORAT

En Génie Mécanique

Spécialité : Génie Mécanique

# ÉLABORATION, CARACTERISATION ET ÉTUDE DU COMPORTEMENT D'UN STRATIFIE À FIBRES NATURELLES SISAL/JONC, APPLICATION INDUSTRIELLE

Par :

# **BENCHAABANE CHAOUKI**

## Devant le jury composé de :

**TEMMAR MUSTAPHA** ELKAHINA SARI MERGHACHE SIDI MOHAMED Maitre de Conférences (A), KHELIFA NOUREDDINE KIRAD ABDELKADER AISSANI MOULOUD

Professeur, Maitre de Conférences (A), Maitre de Conférences (A), Maitre de Conférences (A), Directeur de Recherche

U. de Blida 1, U. de Blida 1, U. Tissemsilt, ENSTI-Annaba, U. de Blida 1, CRTL ALGER

Président Examinateur Examinateur Examinateur Promoteur Co-promoteur

Blida, Novembre 2023

# **RESUME**

Dans ce travail, les caractéristiques mécaniques de matériaux bio-composites unidirectionnels renforcés par deux types de fibres naturelles (sisal et juncus) ont été étudiées afin de développer de nouveaux matériaux. L'effet des méthodes d'extraction des fibres et de leurs nouvelles techniques d'assemblage sur les propriétés mécaniques des composites élaborés a été étudié. Ceci est basé sur trois méthodes d'extraction des fibres naturelles : la première utilise un traitement à l'eau seul sur une longue période, tandis que la deuxième utilise un traitement chimique alcalin avec une solution d'hydroxyde de sodium. La dernière méthode utilise l'enfouissement de feuilles de plantes dans un sol humide. Les fibres obtenues sont assemblées selon des techniques telles que les fibres mono linéaires, les fibres torsadées en corde et les fibres tressées en corde. Les matériaux composites sont produits manuellement à l'aide d'un processus de moulage par contact sous pression. Les résultats ont démontré que les propriétés mécaniques des composés résultants sont fortement influencées par le traitement chimique. De plus, contrairement à certains résultats bibliographiques, les techniques récemment développées d'assemblage avec traitement chimique ont permis de réduire l'épaisseur du bio-composite ainsi que le coût de sa préparation.

Mots clés : fibre naturelle, sisal, juncus, propriétés mécaniques, bio-composite.

#### ABSTRACT

In this work, the mechanical characteristics of unidirectional bio-composite materialsreinforced by two types of naturalfibres (sisal and juncus)were studied in order todevelop new materials. The effect of the fibres'extraction methods and their new assembly techniques on the mechanical properties of the elaborated composites wasinvestigated. This is based on three methods of extracting natural fibres: the first uses water treatment alone over a long period, while the second uses alkaline chemical treatment with sodium hydroxide solution. The last method uses the burial of plant leaves in moist soil. The obtained fibres are assembled according to techniques, such as mono- linear fibres, twisting fibres into rope and braiding fibres into rope. The composite materials are produced manually using a pressure-contact moulding process. The out comes demonstrated that the resulting compounds' mechanical properties are significantly impacted by the chemical treatment. The sisal/polyester composites exhibit the better mechanical tensile test behaviour than those made with juncus fibres. More over, contrary to some bibliographical results, there cent developed techniques of assembling with chemical treatment process allowed for the reduction of the bio-composite's thickness as well as the cost of its preparation.

Keywords: natural fibre, sisal, juncus, mechanical properties, bio-composite

# خلاصة:

في هذا العمل تمت دراسة الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة الحيوية أحادية الاتجاه المقواة بنوعين من الألياف الطبيعية (السيزال والجنكوس) من أجل تطوير مواد جديدة تأثير طرق استخلاص الألياف وتقنياتها الجديدة في التجميع على الخواص الميكانيكية تمت دراسة المركبات التي تم تفصيلها ، وذلك على أساس ثلاث طرق لاستخراج الألياف الطبيعية: الأولى تستخدم معالجة المياه وحدها على مدى فترة طويلة ، بينما تستخدم الثانية معالجة كيميائية قلوية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم. وتستخدم الطريقة الأخيرة دفن أوراق النبات في التربة الرطبة .يتم تجميع الألياف التي تم الحصول عليها باستخدام تقنيات مثل الألياف أحادية الأخيرة دفن أوراق النبات في التربة الرطبة .يتم تجميع الألياف التي تم الحصول عليها يدويًا باستخدام تقنيات مثل الألياف أحادية الخط ، والألياف الملتوية في حبل والألياف المضفرة في حبل .يتم إنتاج المواد المركبة يدويًا باستخدام عملية التشكيل بالضغط .أظهرت النتائج أن الخواص الميكانيكية للمركبات الناتجة تتأثر بشدة بالمعالجة الكيميائية .علاوة على ذلك ، على عكس بعض النتائج الببليوغرافية ، فإن التقنيات المطورة حيدينًا التجميع مع المعالجة الكيميائية .علاوة على ذلك ، على عكس بعض النتائج البليوغرافية ، حضيره . وإن التقنيات الملورة حيديًا التجميع مع المعالجة الكيميائية .علاوة على ذلك ، على عكس بعض النتائج وكناك تكافة تحضيره .

الألياف الطبيعية ، السيز ال ، الجنك ، الخواص الميكانيكية ، المركب الحيوي.

## REMERCIEMENTS

Cette thèse a été pour moi une expérience très distractive sur les plans personnel et professionnel. Mon engagement dans ce travail m'a donné l'opportunité de renaître à nouveau. Plusieurs personnes ont contribué au bon déroulement de ce travail, je tiens à les remercier infiniment.ma femme qui donne le courage a moi.

Je remercie en premier lieu monsieur Dr. KIRAD Abdelkader, enseignant chercheur à Université Saad Dahleb Blida -1-(Algérie), mon directeur de thèse, pour m'avoir proposé ce sujet de recherche, la confiance qu'il m'a accordé pour mener ce projet de recherche originale. Je serai à jamais reconnaissant envers lui pour m'avoir accueilli dans son laboratoire, pour la qualité de son encadrement, sa patience, sa disponibilité pour m'avoir guidé et encouragé dans ce travail de recherche, pour toutes les connaissances scientifiques et les conseils qu'il m'a apporté, son soutien constant et l'amabilité dont il a fait preuve tout au long de ces années. Grâce à lui j'ai beaucoup appris.

*Et mon co-directeur de thèse* **AISSANI** *Mouloud, enseignant chercheur au* Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI ) Chéraga- Algérie, *et pour les efforts qu'il a consenti tout le long de mon travail, d'avoir dirigé ce travail pour m'avoir donné la possibilité d'effectuer ces travaux. C'est à eux que je dois l'aboutissement de ce travail grâce à leur soutien constant et leur aide qu'ils m'ont apportés tout le long de cette étude.* 

J'espère que les membres du jury trouveront ici l'expression de ma reconnaissance pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de présider ce travail de recherche. A monsieur **TEMMAR Mustapha**, professeur à l'université de Blida 1 pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury de soutenance. Un grand merci à Madame Dr:**ELKAHINA SARI**, enseignante chercheuse de l'université de Blida 1, Merci à monsieur le docteur **MERGHACHE SIDI MOHAMED** de l'université de Tissemsilt, Je remercie aussi monsieur le docteur **KHELIFA NOURDDINE** de Ensti-Annaba d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je tiens à préciser que la majorité des travaux de recherche présentés dans cette thèse de doctorat ont été réalisés au sein du laboratoire des matériaux non métalliques (LMNM-UFA- Sétif), et le Research Centre in Industrial Technologies CRTI -Algérie. De plus, je remercie tous les gens qui de près ou de loin ont collaboré pour la réussite de cette thèse. Enfin, j'aurais une pensée toute particulière pour ma famille qui a été sans cesse présente pour moi dans les moments les plus difficiles, mes parents qui m'ont soutenu sans faille durant toute ma scolarité. Leur fierté et leurs encouragements ont été, au-delà de cette thèse, un repère inaliénable et une force me poussant toujours vers l'avant. A mes frères qui ont été toujours là pour me soutenir.

# **DEDICACES**

Aux fils de Rimas et Iyes



الإهداء

إلى روج والدي رحمه الله... ووالدتي العزيزة أطال الله في عمرها إلى من شاركتني السراء و الخراء... زوجتي سند حياتي إلى من أتشوق لأن أرى مستقبلهما المشرق باذن الله...ابنتي رماس و ابني إياس الغاليين

إلى أختي و أخواي إلى جميع الأقارب و الأحدقاء إلى جميع من تلقيت منهم النحع و الدعم أهديكم خلاحة جمدي العملي

# **TABLE DES MATIERES**

	Introduction générale.	1
	Chapitre I : Generalites sur les composites biosources	
Ι	Introduction	4
I.1.	Classification des fibres végétales	5
I.1.1.	L'Alfa	5
I.1.2.	Le Genêt d'Espagne	6
I.1.3.	Diss	6
I.1.4.	Palmier	7
I.1.5.	Coton	7
I.1.6.	Chanvre	8
I.1.7.	Ramie	9
I.2.	Structure des fibres végétales	9
I.3.	Composition chimique des fibres végétales	11
I.3.1.	La cellulose	12
I.3.2.	L'hémicellulose	13
I.3.3.	La lignine	14
I.3.4.	Les pectines	15
I.3.5.	Cires	15
I.4.	Propriétés mécaniques	15
I.5.	Avantages et inconvénients des fibres végétales	16
I.5.1.	Avantages écologiques et économiques	16
I.5.1.1.	Bonnes propriétés mécaniques spécifiques	17
I.5.1.2.	Bonne isolation thermique et acoustique	17
I.5.2.	Inconvénients des fibres végétales	18
I.5.2.1.	Présence de défauts	18
I.5.2.2.	Présence de porosités	18
I.5.2.3.	Existence de cavités dans les fibres végétales	18
I.6.	Présentation générale Les plantes utiliser dans notre travailler (sisal et jonc)	19
I.6.1.	Sisal	19
I.6.2.	Jonc	20
I.7.	Conclusion	22

Chapitre II Extraction des fibres végétales

II.	Introduction	
II.1.	Extraction mécanique	23
II.1.1.	Laminage	23
II.1.2.	Déflexion	23
II.1.3.	Teillage	23
II.2.	Extraction chimique	24
II.2.1.	Procédé par les silanes	24
II.2.2.	Mercerisassions	24
II.2.3	Procédé Kraft	24
II.3.	Extraction biologique	25
II.3.1.	Le rouissage	25
II.3.2.	Rouissage à l'eau	25
II.3.3.	Rouissage à terre	25
II.3.4.	Rouissage microbien	25
II.4.	La Résine	26
II.5.	Assemblage des fibres	27
II.5.1.	Les mats	27
II.5.2.	Les unidirectionnels (UD)	27
II.5.3.	Les Tissu	27
II.5.3.1.	Taffetas (toile)	27
II.5.3.2.	Sergé	28
II.5.3.3.	Satin	28
II.6.	Matériaux composites structuraux	28
II.6.1.	Monocouches	29
II.6.2.	Sandwichs	29
II.7.	Mise en œuvre des matériaux composites	30
II.7.1.	Moulage par injection	30
II.7.2.	Moulage par compression	30
II.7.3.	Moulage au contact	30
II.7.4.	Moulage par projection	31
II.7.5.	La pultrusion	31
II.8.	Synthèse des recherches réalisées sur les fibres végétales	32

II.9.	Conclusion	36		
	Chapitre III : Procédure expérimentale et préparation des échantillons			
III.	Introduction	37		
III.1.	Choix des plantes et les méthodes d'extraction de fibres naturelles			
III.2.	Mise en forme de nouvel assemblage des fibres végétales des matériaux bio- composites	39		
III.2.1.	Assemblage en cordes par torsion	39		
III.2.2. III.2.3.	Assemblage en cordes par tressage Assemblage droit unidirectionnelle des fibres	39 40		
III.3.	Préparation des échantillons unidirectionnels sans résine Sisal et Jonc	40		
III.4.	Réalisation des plaques stratifiées de composite et des plaques en	41		
	résines uniques ainsi que leurs éprouvettes			
III.5.	Moulage par contact	43		
III.6. III.7.	Mise en œuvre des matériaux composites Géométrie des éprouvettes de traction	43 45		
III.8.	Géométrie des éprouvettes de résilience	46		
III.9.	Caractérisation mécanique et structurelle des composites Sisal /polyester et Jonc/polyester	46		
III.9.1.	Essais de traction	46		
III.9.2.	Essais de résilience	47		
III.10.	Microscope	49		
III.11.	Conclusion	49		
	Chapitre IV : Caractirisation des bio-composite Elabores (Fibres/Polyester) Résultats et discutions			
IV.	Introduction	50		
IV.1.	Analyse des essais de traction des bio-composites	50		
IV.1.1.	Propriété mécanique de la résine utilisée	51		
IV.1.2.	Propriété mécaniques des fibres élémentaires de sisal et de jonc	51		
IV.1.3.	Module de Young des différents bio-composites élaborés	54		
IV.2.	Influence de la forme d'assemblage des fibres sur les propriétés mécaniques des Bio-composite	57		
IV.2.1.	Cas d'assemblage en corde par torsion #1	57		
IV.2.2.	Cas d'assemblage en corde par tressage #2	59		
IV.2.3.	Cas d'assemblage des fibres assemblés en linéaire #3	60		

IV.3.	Influence de la méthode d'extraction des fibres sur les propriétés 6 mécaniques Des bio- composite			
IV.4.	Essais de la résilience	64		
IV.4.1.	Conclusion	66		
IV.5.	Caractérisation structurelle des bio composites élaborés	66		
IV.5.1.	Observation de différentes fibres utilisées			
IV.6	Observation de structurelle des bio-composites élaborés et testés	71		
IV.6.1.	Observations longitudinales des échantillons après traction	71		
IV.6.2.	Observations Transversales des échantillons	76		
	Chapitre V : Modélisation et caractérisation des bio-composite élabores (Fibres/Polyester)			
V.	Introduction	78		
V.1.	Loi de mélange	80		
V.1.2.	Calcul des caractéristiques mécaniques d'un pli unidirectionnel Module d'élasticitéLongitudinal	81		
V.1.3.	Module d'élasticité transversal	83		
V.1.4	Module de cisaillement longitudinal	85		
V.2.	Coefficient de Poisson longitudinal	87		
V.3.	Relation entre fractions volumiques et fractions massique	88		
	Applications			
V.4.	Méthodes analytiques pour la détermination des modules d'élasticité du composite.	90		
	a) Module de cisaillement <b>G</b> <sub>LT</sub>			
	b) Module de compressibilité (matrice)			
	c) Module de compressibilité (fibre)			
	d) Module de compression latéral (matrice)			
	f) Module de compression latéral (fibre)			
	g) Module de compression latéral $K_L$			
	h) Module de cisaillement transversal GTT'			
V.5.	m) Module d'élasticité transversal			
V.6.	Analyse du comportement micromécanique des bios composites polyesters/ fibres de Sisal	91		
	Conclusion	96		
	Conclusion et Perspectives	97		
	References Bibliographiques	99		

# LISTE DES FIGURES

Images de la plante d'Alfa	5
Images de l'arbuste de Genêt d'Espagne	6
Ampelodesma (Diss)	6
Palmier	7
Coton	8
Le chanvre	8
Ramie	9
Fibre montrant les différentes couches	10
Modélisation simplifiée d'une fibre végétale.	11
Représentation schématique d'une fibre de bois	12
image (MEB) Section transversale d'un composite à fibres végétal	19
(a) Plante de sisal, fibre de sisal utilisée dans ce travail	20
(a) Plante de jonc, (b) Tige de jonc.	21
Composite monocouche	28
Composite stratifiée	28
Eprouvette en composite sandwich	29
Coupe transversal d'un composite sandwich	29
Moulage au contact	31
Moulage par projection	31
Plantes d'étude dans la nature, a/ sisal, b/ jonc	37
Quelques Fibres naturels obtenus par les différents types d'extraction	39
(N°1, 2, 5:fibres Sisal, N°3 et 4: fibres Jonc).	
Assemblage des fibres en : a/ cordes par torsion. b/ cordes par tressage c/ $% \left( {\left  {{{\bf{n}}_{{\bf{n}}}} \right _{{\bf{n}}}} \right)$	40
fibresdroites unidirectionnelles	
Assemblage des fibres en : a/ Échantillon en papier onduler (moudelle,	41
b/ échantillons en fibres unidirectionnel	
Quelques Fibres naturels obtenus par les différents types d'extraction	41
(N°1, 2, 5: fibres Sisal, N°3 et 4: fibres Jonc)	
les Produit utilisé pour préparée du résine polyester insaturées et Graisse	42
pour Démoulage	
	Images de la plante d'Alfa Images de l'arbuste de Genêt d'Espagne Ampelodesma (Diss) Palmier Coton Le chanvre Ramie Fibre montrant les différentes couches Modélisation simplifiée d'une fibre végétale. Représentation schématique d'une fibre de bois image (MEB) Section transversale d'un composite à fibres végétal (a) Plante de sisal, fibre de sisal utilisée dans ce travail (a) Plante de sisal, fibre de jonc. Composite monocouche Composite stratifiée Eprouvette en composite sandwich Moulage au contact Moulage au contact Moulage par projection Plantes d'étude dans la nature, a' sisal, b/ jonc Quelques Fibres naturels obtenus par les différents types d'extraction (N°1, 2, 5: fibres Sisal, N°3 et 4: fibres Jonc). Assemblage des fibres en : a' cordes par torsion. b/ cordes par tressage c/ fibresdroites unidirectionnelles Assemblage des fibres en : a' Échantillon en papier onduler (moudelle, b/ échantillons en fibres unidirectionnel Quelques Fibres naturels obtenus par les différents types d'extraction (N°1, 2, 5: fibres Sisal, N°3 et 4: fibres Jonc).

Figure III.7:	Photo de Balance électronique meure de poids42		
Figure III.8:	Dispositif conçu pour la fabrication des composites	44	
Figure III.9:	a/ Quelques plaques de sisal et jonc élaborées selon le mode d'assemblage		
FigureIII.10:	a/géométries des éprouvettes élaborées pour essais de traction b/	45	
	Quelques éprouvettes de traction avec des talons		
Figure III.11:	Photos des éprouvettes élaborées pour essais de traction avec des calles	45	
Figure III.12:	a) semaine des éprouvettes pour essais de résilience. b) photo des échantillons	46	
Figure III.13:	a/ Machine d'essais de traction avec zoom sous l'essai. b/ Quelques	47	
	éprouvettes libres de traction		
Figure III.14:	Éprouvettes en composites après les essais de traction avec zoom	47	
Figure III.15:	Photo dune machine essais de résilience	48	
Figure III.16:	Photo dune Appareille du Microscope	49	
Figure IV.1:	Courbes de comportement mécanique des éprouvettes élaborées en	50	
	polyester seule		
Figure IV.2:	Fibres élémentaire sisal et jonc, a) les fibres extractions b) les avant tractio	52	
	c) les fibres après traction		
Figure IV.3:	Comportement de renfort en fibres végétale (250 fibres de sisal et joncs)	53	
	assembles Unidirectionnelle (droite)		
Figure IV.4	Module de Young des composites de : a) sisals/polyester et b)	56	
	jonc/polyester		
Figure IV.5:	Courbes de traction des stratifiées assemblés en corde par torsion (Sisal /	59	
	polyester, Jone / polyester) selon les trois méthodes d'extraction .a)		
	Traitement avec NaOH TAlk, b) traitement TWt et c) méthode sous		
	terre humide TGr		
Figure IV.6:	Essais de traction des stratifiées assemblés en corde par tressage en (sisal/	60	
	polyester, jonc/polyester) élaborés selon trois méthodes d'extraction		
	: a) Traitement avec NaOH TAlk, b) traitement TWt et c) méthode sous		
	terre humide TGr		
Figure IV.7:	Essais de traction des stratifiées assemblés en linéaire de (sisal/polyester,	61	
	jonc/polyester) élaborés selon trois méthodes d'extraction : aTraitement		
	avec NaOH TAlk, b) traitement TWt et c) méthode sous terre humideTGr		
Figure IV.8	Courbes de traction des mêmes composites montrant l'influence des	63	

	méthodes d'extraction, a) TAlk, b) TWt et c) TGr	
Figure IV.9:	Eprouvettes rompues par choc Charpy	64
Figure IV.10.	Energie absorbée en fonction de mode d'assemblage et technique	65
	d'extraction des fibres (sisal et jonc)	
Figure IV.11.	Résistance au choc en fonction de mode d'assemblage et technique	66
	d'extraction des Fibres (sisal et jonc)	
Figure IV.12.	Micrographies optiques typiques de fibres de sisal selon les méthodes	68
	d'extraction, a/ TAlk, b/ TWt et c/ TGr	
Figure IV.13	Coupes transversales typiques de fibres de sisal coupées à partir de la	69
	résine d'une éprouvette avec dimensions	
Figure IV.14	Micrographies de quelques fibres de juncus obtenues par les deux	69
	méthodesd' extraction : a/ TAlk; b/ TWt	
Figure IV.15:	Fibres de sisal avec une partie libre (A) et l'autre partie (B) immergée dans la résine polyester	70
Figure IV.16.	Vue globale et ses zooms de la rupture d'un échantillon de sisal obtenue	73
	par le TAlk, a/ Fibres assemblées en technique mono linéaire, b/ Fibres	
	assemblées en corde	
Figure IV.17:	Vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette TGr a) mono linéaires avec ces zooms b1, b2. C) Assemblées en corde	73
	avec zoom (d)	
Figure IV.18	Vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette	74
	Twt mono linéaires Assemblées en corde	
Figure IV.19	Vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette	75
	Twt assemblées en mono linéaires	
Figure IV.20	Vue globale avec un zoom respectivement d'une rupture de l'éprouvette	75
	TAlk Assemblées en mono linéaires	
Figure IV.21	Vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette	76
	TAlk mono linéaires Assemblées en de torsion	
Figure IV.22.	Morphologie de surface de cisaillement de la matrice avec les fibres de	77
	sisal assemblage en corde, vue globale puis deux vues en zoom	
	respectivement	
Figure IV.23	Morphologie de la surface de cisaillement de la matrice et des fibres de	77
	jonc, b/ zoom de la fibre coupée	
Figure IV.24	Morphologie de la surface de cisaillement de la matrice et des fibres de	78

jonc, b/ zoom de la fibre coupée

Figure V. 1	Constituants d'un composite		
Figure. V.2	Section transversale du composite	83	
Figure. V.3	Cellule élémentaire sollicitée transversalement		
Figure. V.4	Cellule élémentaire sollicitée en cisaillement	85	
Figure. V.5:	Cellule élémentaire représentative sollicitée dans la direction des fibres	87	
Figure. V.6:	Variation valeurs des modules Ef, Em, E de composite élabores et E de	95	
	composite calcule		
Figure. V.7	Variation des modules E1 E2 GLT GTT et KL` en fonction de la combinais	96	

de fibres Sisal et matrices

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1	Composition chimique des fibres végétales	12
Tableau I.2	Rigidité de la cellulose naturelle	13
Tableau I.3	Rigidité de l'hémicellulose	14
Tableau 1.4	Rigidité de la lignine à 60% d'hygrométrie	15
Tableau I.5	Propriétés mécaniques des fibres naturelles	16
Tableau IV.1	Récapitulatif des propriétés mécaniques des éprouvettes de résine polyester	51
Tableau IV.2	Récapitulatif des propriétés mécaniques des fibres unidirectionnelle sisal et Jonc	53
Tableau IV.3	Caractéristiques mécaniques des composites élaborés en traction (Sisal et	57
	jonc/polyester)	
Tableau IV.4	Energie absorbée pour un composite à renfort végétale fibre de Sisal et	65
	jonc /polyester)	
Tableau1V.5	Récapitulatif les mesures de diamètres des fibres	67
Tableau V.	Caractéristiques mécaniques des constituants de base de sisal et résine polyester	92
Tableau V.2	Propriétés mécaniques des composite bio-sourcés, obtenues par L'approche	95
	Analytique	

# NOTATION

b	Largeur de bande de la partie supérieure dans la direction y.
E	Module d'élasticité ou module d'Young.
G	Module d'élasticité transversal.
е	Epaisseur maximale du profil.
G	Module d'élasticité transversale.
h	Largeur
L	Longueur
m	Masse du mouton-pendule [kg]
g	Accélération terrestre. [m s <sup>-2</sup> ] (9.80665)
h	Hauteur du mouton-pendule à sa position de départ [m]
W	En Joules et S en cm <sup>2</sup>
Е	Module de Young (GPa)
E2	Module de la zone plastique (GPa)
$\mathbf{R}_{\mathbf{m}}$	Contrainte à la rupture(MPa)
ε	Déformation à la rupture (%)
f-S	Fibre - sisal
f-J	Fibre - jonc
#1	Assemblage les fibres en cordes par torsion « »
#2	Assemblage les fibres en cordes par tressage
#3	Assemblage les fibres en lignes droites.
$T_{ALK}$	Traitement chimique noté par NaOH
$T_{\rm WT}$	Traitement par eau
$T_{Gr}$	Traitement sous Terre humide
E <sub>Res-Ref</sub>	Module de Young Résine de référence
$V_f$	La fraction volumique des fibres
$V_m$	La fraction volumique de résine (matrice)
E <sub>c</sub>	Module du composite
$V_p$	La fraction volumique de porosite (vide)
n	Facteur de porosité
$E_L$	Module d'élasticité, longitudinal (E1)
E <sub>c</sub>	Module d'élasticité, longitudinal de composite

$[\eta_0\eta_1]$	Coefficient de longueur des fibres et coefficient d'orientation des fibres
G	Module de cisaillement G
G <sub>f</sub>	Module de cisaillement fibres
$G_m$	Module de cisaillement résine (matrice)
$v_{LT}$	Coefficient de Poisson longitudinal
$k_f$	Module de compressibilité (fibre)
$k_m$	Module de compressibilité résine (matrice)
K <sub>f</sub>	Module de compression latéral (fibre)
K <sub>m</sub>	Module de compression latéral résine (matrice)
G <sub>TT</sub>	Module de cisaillement transversal
K <sub>L</sub>	Module de compression latéral
$E_T$	Module d'élasticité transversale $E_T(E_2)$
$G_{LT}$	Module de cisaillement G <sub>12</sub> G <sub>13</sub>

#### Introduction Générale

Les matériaux composites ayant les fibres synthétiques comme celles de carbone, d'aramide ou les fibres de verres sont largement utilisés dans divers domaines d'application, comme l'industrie de l'automobile, de l'aéronautique et dans d'autres secteurs des composites de grande distribution, comme les moyens des sports. Les fibres synthétiques, en particulier fibre de verre sont actuellement les plus utilisées en raison de leur faible coût, de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leur facilité de production spécifique importante.

La problématique rencontrée en utilisant ces matériaux c'est les aspects négatifs pour l'homme et son environnement. La matrice Polymère (la résine) est basée sur des ressources non renouvelables. Mais plus la production de cette résine plus la nécessite des renforts supplémentaires qui nécessitent encore la quantité de l'énergie pour être produite parfaitement et des difficultés chimiques. Donc lors de la fabrication des composites et les émissions de composés organiques volatils apparaissent en provoquant des maladies dites : entre autres allergies de la peau. Enfin, il n'existe à l'heure actuelle aucune solution fiable sauf le transfert de pollution, de par le monde.

Les équipes de recherche sont orientées envers l'utilisation de la biomasse, et substitution aux matières premières fossiles, dans tous les domaines d'utilisation des matériaux. Alors dans cette démarche, il est important que le potentiel de photosynthèse de la plante pour réaliser des économies d'énergie, la diversification de l'agriculture, elle réduira toute émission de gaz à effet de serre, mettre au point des techniques et produits compatibles avec l'environnement et au final créer des emplois. La production de biomatériaux à partir de la biomasse s'inscrit dans le contexte d'une industrie qui devient plus respectueuse de l'environnement. Les bio-composites, les composites bio-sources ainsi que les autres matériaux biodégradables ou à base de produits naturels sont aujourd'hui en pleine expansion ce qui se ressent largement dans la littérature scientifique actuelle.

Aujourd'hui, toutes les fibres naturelles sont utilisées plutôt comme des charges de matrice polymère ou dans des pièces subissant de très faibles sollicitations comme les tablettes de coffres de voitures... etc. De plus en plus il y ai actuellement des co-produits de la filière traditionnelle de valorisation des fibres dite naturellement produites. Donc l'utilisation de ces fibres comme renforcement des pièces de structures ayant des contraintes mécaniques et encore à la phase de développement. Donc, les fibres végétales possèdent un nombre important de propriétés intéressantes, avec des qualités faibles, mais néanmoins ces

propriétés mécaniques sont suffisantes et des coûts de production potentiellement bas [1].

Les matériaux composites possèdent des performances mécaniques élevées et les matériaux bio-composites résultent alors encore des caractéristiques de renforcement la matrice (nature, géométrie, orientation et fraction volumique... etc.) acceptables, et le principe est d'associer des propriétés complémentaires. Sous le chargement dit transversal, le comportement des matériaux est conditionné dès l'état initial par la microstructure de la matrice et de l'interface où se produit le transfert de charge entre les fibres et la matrice.

A cet effet, le principal objectif de cette thèse est l'élaboration et la caractérisation d'un matériau bio-composite unidirectionnelles renforcé par les fibres de Sisal et de Joncs et les misent en valeur industrielle. Nous nous sommes intéressés particulièrement à l'effet des propriétés mécanique de fibres dans les bio-composites, les fibres de Sisal et Joncs ont été soumises à trois types de traitements pour l'extraction, par l'hydroxyde de sodium (NaOH), le traitement à l'eau seul et par le traitement sous terre humide afin d'améliorer l'affinité et l'adhésion avec le résine Polyester, puis ces composites de polyester /fibres de Sisal et de Joncs à différents méthodes d'assemblage ont été caractérisées et discutés.

De nombreuses études ont été menées récemment sur les fibres lignocellulosiques (végétales), et elles constituent un aspect important dans le domaine de la recherche liée aux nouvelles fibres de plantes sauvages. Qui est la plante de (sisal et jonc), le jonc épars dont le nom scientifique est Juncus, dans le but de l'introduire comme renfort dans les matériaux composites. Noter aussi que cette plante n'a pas encore été éclairée par les chercheurs donc le but aussi de cette thèse est de s'intéresser à la caractérisation physico chimique et mécanique de cette nouvelle fibre et de mettre les bases pour éventuel recherches futures liées au développement de cette fibre comme renfort potentiel dans les matériaux bio-composites. Le Jonc est une plante existante en Algérie et très répandus dans de nombreuses régions du monde, elle possède de bonnes propriétés de ténacités et sa force, elle reste inconnue industriellement par contre très peu utiliser artisanalement. La tige de Jonc est anciennement utilisée pour la fabrication, des nattes, des poufs et des corbeilles. A cet effet, ce travail de thèse est divisé en cinq chapitres : Le premier chapitre présente une relation étroite entre la composition chimique et la propriété physique, de même pour la structure particulière et le comportement mécanique, à prendre en considération que certains détails qui ne sont pas reflétés dans les fibres synthétiques tel que la porosité (la présence de lumens) qui est importante pour des domaines d'application spécifique (par exemple isolation thermique).

Inclure les avantages et inconvénients des composites polymères renforcés par des fibres naturelles, et présentation générale des plantes choisies comme matières premières pour notre étude (sisal et jonc)

Le second chapitre nous présenterons une étude approfondie des modes d'extraction des fibres de la plante, ce qui représente une étape fondamentale dans le cycle de fabrication. Les techniques d'assemblage des fibres végétales sont présentées ainsi que les techniques de mise en œuvre des éprouvettes en composite à base de fibres. A la fin par une synthèse bibliographique clôtura le chapitre.

Troisième chapitre présente les différentes techniques expérimentales utilisées et les conditions d'élaboration des composites étudiés (résine polyester insaturée, polyester/fibres de sisal et jonc). Ainsi que les déverses instruments et techniques d'observation utilisés sont : les microscopes optiques et à balayage électronique (MEB).

Le quatrième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats obtenus des essais mécaniques de traction sur la fibre élémentaire de (sisal et jonc), et les biocomposites qui ont été aussi caractérisés. Les résultats obtenus sur des tests effectués des caractérisations et de l'étude morphologique faite par MEB des fibres du Jonc et du sisal épars sont exposés et discutées à la fin.

Les résultats expérimentaux des essais mécaniques des fibres végétales sont difficiles à analyser en raison des résultats qui sont une caractéristique inhérente de ces types de fibres (lié d'une manière intime et nécessaire). Cette variabilité peut être expliquée par la distribution des défauts dans la fibre ou sa surface, donc il a été jugé indispensable d'utilisé des approches statistiques, qui sont présentées dans le cinquième chapitre, pour pouvoir évaluer leurs propriétés mécaniques moyennes par les analyses statistiques adoptées dans ce travail.

Enfin, une conclusion générale clôtura notre travail, par laquelle nous évaluons les acquis de ce travail et exposerons quelques points de vue.

#### Chapitre I: Généralités sur les composites bio-sources

#### I. Introduction

Un matériau composite résulte de l'association de deux matériaux différents aussi bien par leurs formes que par leurs propriétés mécaniques ou chimiques, pour tenter d'accroître leurs performances. Les deux constituants du composite sont la matrice et le renfort qui se combinent pour donner un matériau hétérogène souvent anisotrope. Donc, les propriétés diffèrent d'une direction à l'autre. Les matériaux constituant le composite sont généralement choisis en fonction de l'application que l'on souhaite en faire par la suite. Les critères de choix peuvent être, par exemple, les propriétés mécaniques requises, la résistance à la chaleur ou à l'absorption d'eau, ou même l'endurance pour les applications à longs termes.

La matrice est la phase continue du composite, elle assure la liaison des éléments, la dureté, l'étanchéité, la résistance au flambement et à la compression, et elle commande les conditions de mis en œuvre. La matrice d'un matériau composite a pour rôle:

- D'enrober les renforts, les protéger du milieu extérieur.
- D'assurer une répartition spatiale homogène des renforts.
- De transmettre aux renforts les efforts extérieurs et de les répartir.
- De conférer la forme à la pièce en matériau composite.

Selon la littérature, les deux types de résine les plus utilisés sont les thermodurcissables et les thermoplastiques. Les résines thermoplastiques possèdent la propriété de pouvoir être mises en forme plusieurs fois par chauffages et refroidissements successifs. Ces résines peuvent donc être récupérées et facilement recyclées. Par contre, les résines thermodurcissables ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Ainsi, les résines thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques et surtout thermomécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques, notamment celles de la famille des époxys qui dominent parmi les thermodurcissables [2].

Les renforts confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Ces renforts permettent également d'améliorer Certaines propriétés physiques, le comportement thermique, la tenue en température, la tenue au feu, et la résistance à l'abrasion des composites. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont : des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une bonne facilitée de mise en œuvre, un faible coût, etc. En

4

fonction des utilisations, les renforts peuvent être d'origines diverses : végétale, minérale, artificielle, synthétique, etc. Toutefois, les renforts les plus utilisés se présentent sous forme de fibres ou sous formes dérivées, et constituent une fraction volumique du matériau composite. La figure 1.1 illustre les principaux types de renforts fibreux des matériaux composites.

### I.1 Classification des fibres végétales

On peut subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine [3]. Les fibres végétales qui comprennent les fibres provenant des différentes parties de la plante;

- Fibres libériennes : extraites de la partie extérieure de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie.
- Fibres extraites des feuilles : fibres de sisal, de bananier, de palmier
- Fibres extraites de poils séminaux des graines : fibres de coton, de kapok
- Fibres extraites de l'enveloppe du fruit : fibres de coco
- Fibres extraites des tiges ou des troncs : paille de blé, de riz, d'orge ou d'autres cultures Telles que le bambou.

### I.1.1. L'Alfa

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, et tout particulièrement les hauts plateaux de l'Algérie et du Maroc. C'est une plante permanente qui ne disparait pas pendent l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Elle délimite le désert, sa tige est creuse et cylindrique utilisée pour fabrication de la pâte à papier, de cordages, de composites et d'objets de sparterie [4].



Figure I.1 : Images de la plante d'Alfa [4].

## I.1.2 Le Genêt d'Espagne

Le Genêt d'Espagne (Spartium Juncum) ; en Algérie connu sous le nom de 'Tertak'. C'est un petit arbuste à souche ligneuse, aux rameaux flexibles, atteint trois mètres de haut. Ses rameaux cylindriques sont creux, avec très peu de feuilles. Les fleurs sont disposées en grappes. Autrefois, le Genêt était cultivé pour la fibre qui servait à confectionner de la toile.

Les tiges de Genêt d'Espagne sont utilisées en vannerie et produisent des fibres pour la fabrication des cordages et toiles grossières ; tout récemment encore, à l'issue de la seconde guerre mondiale, les services de sécurité des mines utilisaient le caractère antistatique de la

fibre de Genêt pour la réalisation de tapis [5].



Figure I.2 : Images de l'arbuste de Genêt d'Espagne [5].

## I.1.3 Diss

Connu sous le nom scientifique «Ampélodesmos mauritanica». Il appartient à la famille des poacées (graminées plantes à fleurs). C'est une grande graminée très répandue dans l'Afrique-du-Nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. II fleurit entre avril et juin ; les feuilles sont résistantes longues jusqu'à 1 mètre et large de 7 mm, extrêmement rude c'est un matériau très fibreux figure I.3.



Figure I.3 : image dune plante de (Diss) [6].

Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques. Elle est très résistante à la traction de l'ordre de 100 MPa, son utilisation est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers. La plante est utilisée aussi comme tressage et sert comme matériel pour fabrication de papier

### I.1.4 Palmier :

Le palmier dattier est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Il existe plus de 2600 espèces de palmiers. Son hauteur varie de 20 à 30m, avec un tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles (les palmes) qui sont Divisées avec une longueur de 4 à 7m. Les feuilles âgées peuvent rester plusieurs années avant de tomber Les palmes été récoltées à la main en fin de maturité, dans la même saison, et séparées des rachis.la fibre peut être extraite des différents parties du palmier [7].



Figure I.4 : Palmier [7].

#### I.1.5 Coton :

Fibre naturelle d'origine végétale, c'est la plante la plus utilisée dans le monde (50%). Les fibres de coton sont caractérisées par une bonne résistance avec une élasticité médiocre à cause du fort degré de cristallinité du micro fibrilles de la cellulose. Elles sont caractérisées par une grande légèreté qui permet de confectionner des textiles doux et confortables avec un coût raisonnable et faible [8]



Figure I.5: Coton [9]

## I.1.6 Chanvre

Le chanvre est une plante annuelle herbacée à feuilles palmées contenant des vaisseaux dans le cœur ligneux (xylème) comme le bois dur. Il est cultivé pour sa tige qui contient les fibres longues (la filasse) sur les parties externes et qui est constituée d'une forte proportion de fibres intérieures plus courtes fortement lignifiées (son bois). La filasse qui représente environ 30% de la masse sèche de la tige est utilisée dans le textile, les textiles techniques, le papier et l'isolation. Le bois de chanvre quant à lui, représente environ 70% de la masse de la tige. Il est également utilisé dans les matériaux de construction (béton de chanvre), ainsi que pour le paillage des sols [9].



Figure I.6: Le chanvre [9].

#### I.1.7 Ramie

La ramie (bochnerianivea) est un arbuscule de la famille des urticasie. Elle se présente sous la forme d'une touffe formée de tiges d'environ 1,5 à 3 m de hauteur avec de grandes feuilles. L'extraction de la fibre nécessite un décorticage et un dégommage très poussé. La cellule élémentaire ressemblant d'avantage à celle du coton qu'à celle du lin, peut atteindre 17 cm de longueur ; elle présente une concentration en cellulose importante, un degré de polymérisation élevé. Sa blancheur et son aspect soyeux la destinent à l'habillement [10].



Figure I.7 Ramie [10].

### I.2. Structure des fibres végétales

Les fibres végétales sont constituées de cellules individuelles ou cellules de base. La plupart des fibres naturelles sont multicellulaires formées en fait d'un faisceau de fibres individuelles [11]. Les cellules sont constituées de micro fibrilles cristallines à base de cellulose et reliées sur une couche entière de lignine amorphe et d'hémicellulose (Figure I.8). L'empilement de ces couches forme ainsi les parois cellulaires multicouches. Les dimensions des cellules de base varient d'une fibre à l'autre. Cependant, ces derniers dépendent du degré de maturité de la partie de la plante pour la même fibre. On note aussi que les dimensions et l'arrangement des cellules individuelles ou de base déterminent l'ultra structure et les propriétés mécaniques des fibres [12]. Les cellules individuelles des fibres végétales présente un vide central appelé lumen. La forme (circulaire, polygonale ou elliptique) du lumen dépend de l'origine de la fibre et de l'épaisseur de la paroi [13]. Le lumen justifie en grande partie la faible densité et l'isolation acoustique et thermique de la fibre. Une fibre élémentaire est constituée de plusieurs couches. On parle généralement de deux parties principales ; les parois cellulaires primaire et secondaire.

La première joue le rôle de colle et permet de relier les fibres libériennes entre elles. Cette paroi est relativement mince  $(0,2 \ \mu m)$ . Elle est essentiellement constituée de pectine, de lignine et de diverses substances chimiques. La deuxième partie comprend trois couches (S1, S2 et S3) et représente la majeure partie du volume de la fibre. Chaque paroi cellulaire contient une matrice de lignine et d'hémicellulose, entourée par des micro-fibrilles de cellulose. Celles-ci sont arrangées selon les directions différentes par rapport à l'axe longitudinal de la fibre avec un angle constant dans chaque couche mais différent entre les différentes couches cellulaires [14]. Parfois, dans la littérature, l'ensemble des couches intercellulaire et primaire est appelé lamelle moyenne. Les parois cellulaires d'une même cellule diffèrent de l'une à l'autre par leurs compositions (rapport entre la teneur en cellulose et la lignine ou hémicellulose), leur épaisseur et par l'orientation des micro-fibrilles.



Figure I.8. Fibre montrant les différentes couches. [15]

Les micro-fibrilles, illustrées dans la Figure I.9, possèdent une organisation en spirale. L'angle entre les micro-fibrilles et l'axe longitudinal est l'un des facteurs les plus déterminants des propriétés mécaniques des fibres naturelles [16]. [17] ont pu mettre en évidence l'influence de l'angle de micro-fibrille sur les propriétés en traction des fibres de bois. Pour des angles variant de 1° à 46°, les contraintes à la rupture ainsi que les modules d'élasticité chutent. Plus cet angle est faible plus les propriétés mécaniques sont meilleures. La paroi de la cellule de base est un composite multicouche. De l'extérieur vers l'intérieur, on observe, sur la Figure I.8, la lamelle mitoyenne, la paroi primaire P et la paroi secondaire S.

Lamelle moyenne : C'est la partie la plus externe de la paroi. C'est elle qui se forme la

première et elle est constituée de la pectine. Elle aide à faire adhérer les cellules végétales ensembles grâce à la présence de la lignine.

Paroi primaire P : Elle est très mince de 1 à 3 microns d'épaisseur, extensible, ce qui permet la croissance cellulaire. Cette paroi est constituée principalement de cellulose.

Paroi secondaire S : Elle est plus épaisse que la paroi primaire. La paroi secondaire est composée de micro-fibrilles de cellulose, disposées de façon régulière décrivant des hélices très redressées par rapport au grand axe de la cellule, logées dans une matrice de lignine. Elle se décompose en deux sous couches : une première couche S1 dans laquelle les micro-fibrilles font un angle de 90° avec la verticale et une deuxième S2 dans laquelle l'angle est d'une trentaine de degrés. La cellulose, est un constituant important de cette paroi, se dépose généralement en plusieurs couches, présentant une orientation différente des micro-fibrilles et formant une structure semblable à celle du contre-plaqué, ce qui lui confère sa rigidité. L'autre constituant important de la paroi secondaire est la lignine, une molécule complexe renforce la rigidité, et qui se ramollisse par une augmentation de la température. La cutine, la subérine et les cires sont, en revanche, des substances grasses et imperméables qui se déposent sur les parois des cellules de revêtement afin de limiter les pertes d'eau de la plante. Une couche dite gélatineuse composée uniquement de cellulose fortement cristalline.



Figure I.9: Modélisation simplifiée d'une fibre végétale [18].

## I.3. Composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales, sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine [19]. Les proportions de chaque constituant dépendent de la nature de la

plante source. Le Tableau. I.1 résume les compositions chimiques des fibres naturelles les plus utilisées. La proportion de ces différents constituants procure à chaque fibre végétale ses propriétés spécifiques.

Fibres	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Cire
Alfa	45 - 50	22.15 - 28	17.71 - 24	5	2
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70 -74	17.9 - 22.4	3.7 - 5.7	0.9	0.8
Jute	61.1 – 71.5	13.6 - 20.4	12 - 13	0.2	0.5
Ramie	68.6 - 76.2	13.1 – 16.7	0.6 - 0.7	1.9	0.3
Sisal	<u>66 - 78</u>	10 - 14	10 - 14	10	2
Coco	32 - 43	0.15 - 0.25	40 - 45	3-4	-

Tableau I.1 : Composition chimique des fibres végétales [20].



Figure I.10 : Représentation schématique d'une fibre de bois [20].

#### I.3.1. La cellulose

La cellulose constitue d'un homopolymère linéaire (C6H10O5) constitué de successions d'unités [15]. L'unité structurale de la cellulose est appelée cellobiose et ce dernier est rassembler par 1,4- $\beta$ -D- glycosidiques à la position de C1 et C4. Le degré de polymérisation est aux alentours de 10000. Chaque unité de répétition comporte trois groupes d'hydroxyle.

Ces groupes d'hydroxyle et leur capacité à la liaison hydrogène jouent une responsabilité important en dirigeant l'emballage cristallin et régissant sur les caractéristiques physiques de la cellulose [19].

Les propriétés mécaniques d'une fibre naturelle dépendent de son type de cellulose dont les propriétés présentées au tableau I.2,

Propriété	Valeur			
	Plage	à 12%	à 20%	
		d'humidité 20 °C	d'humidité 20 °C	
E11 (GPa)	134,0-170,0	134	134	
E22 (GPa)	15,0-27,2	27,2	27,2	
G12 (GPa)	3,0-6,0	4,4	4,4	
v21	0,01 - 0,02	0,02	0,02	
v32	0,50	0,50	0,50	

Tableau	I.2:	Rigidité	de la	cellulose	naturelle	[21]
Iuoicuu	1.2.	ingiane	uc iu	contaiose	naturente	[4]

## I.3.2. L'hémicellulose

Les hémicelluloses sont différentes des celluloses par leurs multiples variétés de saccharides constituant le polymère qui sont différents d'une plante à une autre. Ils présentent un degré considérable de ramification de chaînes, tandis que la cellulose est un polymère linéaire. Aussi, l'hémicellulose est rarement cristalline, elle est très sensible aux variations d'hygrométrie, ce qui fait que sa rigidité est souvent donnée dans la littérature comme fonction du taux d'humidité ambiant. Le tableau I.3, contient les valeurs des rigidités proposées pour ce constituant et est responsable de la sensibilité des fibres à l'eau à travers l'interface (groupes hydroxyles). Ce tableau contient les valeurs des rigidités proposées pour ce constituant [22].

	Valeurs			
Propriétés	interval	à 12% d'humidité	à 20% d'humidité	
		20 °C	20 °C	
E11 (GPa)	2,0-8,0	2	0,02	
E22 (GPa)	8,0-4,0	0,8	0,008	
G12 (GPa)	1,0-2,0	1	0,01	
<b>v21</b> 0,08 – 0,1		0,08	0,08	
v32	0,4			

### Tableau I.3 Rigidité de l'hémicellulose [23]

### I.3.3 La lignine

La présence de la lignine dans la paroi cellulaire rend les fibres végétales mécaniquement très résistantes. La quantité de lignine présente dans les différentes espèces de plantes est très variable. Les feuillus en contiennent 18 à 25%, alors que les résineux en contiennent plus, soit 25 à 35%. La lignine est un polymère hydrocarboné de structure très complexe en trois dimensions constitué d'éléments aliphatiques et aromatiques. La lignine joue le rôle de gaine entourant les microfibrilles et les fibres et améliore ainsi leur résistance à la compression [24]. Par analogie avec les matériaux composites, cette 'colle' joue le rôle de matrice. Elle permet aux plantes de former une structure rigide et aux arbres de grande hauteur de rester debout. La lignine est répartie à travers les parois cellulaires primaires et secondaires, avec la plus forte concentration se trouvant au niveau de la lamelle mitoyenne. La lignine agit également comme une barrière pour l'eau, limitant sa pénétration à travers la paroi cellulaire. Elle possède des propriétés mécaniques largement inférieures à celle de la cellulose, environ 4 GPa en module élastique alors que pour la cellulose cette valeur peut aller jusqu'à 135 GPa selon Bledzki et Gassan [25]. L'élimination de la lignine devient donc souhaitable pour de meilleures propriétés mécaniques des fibres unitaires. La lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse de l'ordre de 90°C et une température de fusion d'environ 170°C la lignine est le constituant qui a le moins d'affinité avec l'eau. Pendant les traitements d'élimination de l'eau des parois cellulaires des fibres, tel que le séchage, la lignine peut être éliminée. Le tableau 5 résume les propriétés de la lignine. La Figure 1.8 présente un exemple de structure chimique de lignine.

Coefficient, unite	Valeur
E (GPa)	2,0 - 3,5
ν	0,33

Tableau 1.4 : Rigidité de la lignine à 60% d'hygrométrie [22]

#### I.3.4. Les pectines

Elles caractérisent les premières assises formées dans la paroi cellulaire ainsi que la substance intercellulaire qui consolide les parois des cellules contiguës chez les dicotylédones et dans une moindre mesure chez les monocotylédones. Les pectines sont des polysaccharides très hydrophiles et l'eau qu'elles introduisent dans la paroi cellulaire rend la paroi plastique [26]. et les proportions des différents types varient en fonction de leur position dans les parois cellulaires [24].

#### I.3.5. Cires

Les cires sont des constituants des fibres naturelles qui peuvent être extraits avec de solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [27].

#### I.4. Propriétés mécaniques

Les fibres végétales présentent globalement de bonnes performances mécaniques. Pour les plus performantes fibres végétales, le module de Young en traction peut atteindre les 70 GPa, soit l'équivalent en rigidité de la fibre de verre E, pour une densité deux fois moindre (matériau ligno-cellulosique 1.5g/cm3, fibre de verre 2.6 g/cm3), ce qui permet de les utiliser efficacement entant que renfort pour des composites dont la résistance spécifique (résistance rapportée à la densité) sera plus élevée [28]. Les propriétés mécaniques des quelques fibres naturelles sont regroupe au tableau I.5

Type de fibre	Ténacitéà sec (cN/tex)	Ténacitéau mouillé (cN/tex)	Contraintede rupture(MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Elongation de rupture (%)	Densité (g/cm3)
Chanvre	-	_	310-1110	3-90	1.3-6.0	1.4-1.6
Lin	20 à 33	29 à 33	343-1500	8-100	1.2-4.0	1.4-1.5
Jute	26 à 35	28 à 48	187-800	3-90	1.3-6.0	1.3-1.5
Ramie	59	66	290-1060	5-128	0.2-6.0	1.5-1.5
Kénaf	_	_	180-1191	22-128	1.6-6.9	1.2-1.4
Noix de coco	-	_	95-270	2.8-6	15.0-51.4	1.15- 1.5
Sisal			80-855	9-38	1.9-14.0	1.0-1.5
Abaca	-	_	12-980	12-72	1.0-12.0	1.4-1.5

 Tableau I.5 Propriétés mécaniques des fibres naturelles [29]

#### I.5. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages qui les rendent attractives pour une application industrielle, mais elles ont aussi de nombreux inconvénients. Des études ont montré que les composites à base de fibres naturelles sont bien plus respectueux de l'environnement que ceux à fibres synthétiques. Les composites à fibres naturelles utilisent, au cours de leur cycle de vie, 45% de moins d'énergie que les composites à fibre de verre, et conduisent à moins d'émissions atmosphériques [30]. La production des fibres naturelles a un impact environnemental plus faible que celles des fibres de verre

#### I.5.1. Avantages écologiques et économiques

Les avantages écologiques et économiques des fibres végétales reposent sur plusieurs points. Il s'agit tout d'abord de matériaux renouvelables et disponibles, dont la production peut être adaptée à la demande. Ensuite les fibres naturelles présentent un bilan énergétique neutre en fin de vie, contrairement aux fibres synthétiques qui ne peuvent pas être recyclées ou incinérées [20]. La production de ces fibres nécessite également moins d'énergie que celle des fibres synthétiques [31], et ont une innocuité physiologique pendant le traitement et l'utilisation

La densité plus faible des fibres naturelles comparée à celle des fibres synthétiques

permet de réduire la masse des structures [32], notamment dans les transports, ce qui diminue donc la consommation des véhicules.

#### I.5.1.1 Bonnes propriétés mécaniques spécifiques

Diverses études ont montré les bonnes propriétés mécaniques des fibres végétales, en particulier leurs caractéristiques spécifiques élevées grâce auxquelles elles peuvent rivaliser avec certaines fibres synthétiques en termes de raideur [32]. L'étude de Barre et Benzeggagh [21] montre que les propriétés spécifiques des fibres naturelles (rigidité et résistance) sont dans certains cas supérieurs à celles des fibres de verre.

#### I.5.1.2. Bonne isolation thermique et acoustique

Lors de la réhabilitation d'une habitation ou au moment de bâtir, il est important de connaître les dangers propres aux matériaux ordinairement utilisés : fibres allergènes des laines de verre et de roche, émanation de gaz toxiques du polystyrène sous l'action de la chaleur. Les matériaux d'isolation écologiques (laine de bois, chanvre, lin, laine de coton, liège, ouate de cellulose..) sont issus de végétaux dont la production n'entraîne pas de pollution pour l'environnement. Ils sont élaborés selon des procédés nécessitant de faibles dépenses d'énergie, reçoivent des ajouts minéraux non toxiques tels que les silicates qui sont destinés à les protéger contre les insectes, champignons, rongeurs et risques du feu. A savoir : la fabrication de la ouate de cellulose consomme 3 fois moins d'énergie que celle du polystyrène. Les isolants écologiques à la différence des matériaux synthétiques favorisent la respiration des parois, c'est-à-dire échange thermique entre l'extérieur et l'intérieur du bâtiment. Ils sont même capables de réguler le taux d'hygrométrie en absorbant et restituant une partie de la vapeur d'eau constituée dans les locaux. Faible tenue thermique La dégradation thermique des fibres végétales a reçu une attention particulière des chercheurs ces dernières années [33]. La stabilité thermique limitée des fibres végétale représente un inconvénient majeur pour l'utilisation de ces fibres en tant que renfort dans les matériaux composites. A partir d'une température de 170 °C, le premier constituant de la fibre, l'hémicellulose commence à se décomposer, suivi par la cellulose et la lignine. [34] ont trouvé que, après exposition des fibres de lin à une température de 180 °C durant 2 heures entrainent une diminution de la résistance comprise entre 32% à 36% et une diminution de la déformation de 40% et 56%.

#### I.5.2. Inconvénients des fibres végétales

La performance des composites renforcés de fibres naturelle repose sur quelque paramètres : tel que la structure, les défauts, géométrie des cellules, les propriétés physiques, l'orientation des fibres, la fraction des fibres (volume/poids) ainsi que l'interaction fibre/matrice [34].

### I.5.2.1. Présence de défauts

Dans les fibres végétales, les défauts (genoux, nœuds, ...) sont crées d'une façon irréversible soit au cours de la croissance de la plante, soit pendant la décortication lors de la séparation des fibres [35]. Les propriétés mécaniques de la fibre (rigidité et résistance) sont affectées par les défauts en provoquant une rupture prématurée sous chargement [36]. Les défauts existent tout au long de la fibre avec une répartition non homogène, il est très difficile de contrôler la quantité de défauts, cela peut être l'une des raisons pour laquelle on trouve des variations importantes dans les propriétés mécaniques des fibres végétales [37]

#### I.5.2.2. Présence de porosités

Les composites à fibres végétales contiennent généralement une grande quantité relative de porosité, ce qui influe considérablement sur les propriétés et les performances des composites. Madsen et al [32] affirment que la plus grande partie de la porosité dans les matériaux composites à fibres végétales est causée par un certain nombre de facteurs:

#### I.5.2.3. Existence de cavités dans les fibres végétales,

Chimie de surface complexe des fibres végétales qui compliquent la compatibilité fibre/matrice, forme et dimensions des fibres végétales hétérogènes qui restreignent l'imprégnation de la matrice. Bulles d'air emprisonnées dans la matrice (Figure 1.11). Cette porosité dans la matrice peut être due à la présence d'air résiduel ou de micro-bulles d'eau gazeuse provenant des fibres et piégées au cours du processus de fabrication [38].


Figure 1.11 : image (MEB) Section transversale d'un composite à fibres végétales. [23].

Une étude expérimentale a été menée (Adane, awoke) [39] pour extraction (traite et non traite) de la fibre de sisal et développement composite. Les fibres ont été traitées en utilisant des concentrations de NaOH de 2 %, 6 % et 10 %. dans des périodes (24, 48 et 72) h de trempage. Les stratifier a été fabriqué à différents rapports sisal/polyester de 20 /80, 30 / 70 et 40 / 60.les ont montré une nette amélioration de leurs propriétés mécaniques par rapport aux fibres de sisal non traite L'étude FT-IR a confirmé l'élimination de la lignine et de l'hémicellulose, car les groupes fonctionnels ont indiqué que l'hémicellulose était absente ou que l'intensité maximale pouvait progressivement diminuer à mesure que la concentration de l'absorption d'eau en raison de la plus grande surface de contact de la fibre avec la matrice.

#### I.6. Présentation générale Les plantes utiliser dans notre travailler (sisal et jonc)

## I.6.1. Sisal

Le sisal est de plus utilisé dans les matériaux bio-composites pour l'industrie d'ameublement et de construction. On le retrouve également dans les plastiques et dans les produits de papier. Les fibres de sisal sont issues de l'Agave sisalana (Figure I. 12), originaire du Mexique. Cette plante résistante pousse toute l'année dans des climats chauds et arides souvent impropres aux autres cultures. Elle s'accommode à la plupart type de sols sauf les sols argileux, très salins et humides. Sa culture est relativement simple car elle résiste bien aux maladies et nécessite comparativement peu d'intrants. Le sisal peut être récolté deux ans

après avoir été planté et sa vie productive peut atteindre 10 ans. Chaque plante produit 150 à 250 feuilles selon les conditions géographiques, météo logique [40].

Même si le degré d'humidité des feuilles de sisal est de 90%, elles sont rigides et leur pulpe charnue est très ferme. Les fibres, situées à l'intérieur des feuilles dans le sens de la longueur, sont plus abondantes vers la surface. Il faut les défibrer immédiatement afin d'éviter de les abîmer durant le nettoyage. Pour ce faire, la pulpe est grattée, généralement à l'aide d'un procédé mécanique.

Le sisal est une source renouvelable par excellence et pourrait aider à relever le défi du changement climatique. Tout au long de son cycle de vie, il absorbe plus de dioxyde de carbone qu'il n'en produit. Au cours de la transformation, il génère principalement des déchets organiques et des résidus de feuilles qui peuvent être utilisés pour produire de la bioénergie et fabriquer des aliments pour animaux, des engrais et des logements écologiques; en fin de cycle, il est totalement biodégradable. Les fibres synthétiques ne possèdent aucune de ses caractéristiques. De surcroît, le sisal réduit l'érosion des sols en raison de ses profondes racines. Planté en haies, il constitue une barrière végétale efficace pour protéger les cultures et les forêts des prédateurs et des intrus [39]. Les fibres de sisal utilisées dans le présent travail sont les fibres de sisal cardées présentées dans la Figure I.12,



Figure I.12 : Plante de sisal, fibre de sisal utilisée dans ce travail.

## I.6.2. Jonc

La plante de jonc appelé encore Juncus. Est une espèce végétale sauvage de plante herbacée qui fait partie de la famille des Juncacées qui pousse dans les lieux humides comme (rivière, montagne ... etc.). Elle pousse en Europe occidentale et méridionale, en Afrique du Nord et en Amérique du Sud. La floraison a lieu entre juin et septembre. Les plantes de Jonc se présentent sous forme de touffe d'herbe avec une pointe épineuse, constituée de tiges creuses de forme cylindrique de diamètre (4 à 8 mm) remplie d'une matière spongieuse blanche d'une hauteur maximale d'environ 2 m (Figure I.13). Le jonc épars forme des rhizomes souterrains traçants, produisant des touffes de tiges atteignant un mètre de longueur. Les feuilles sont réduites à des gaines basilaires rousses. Les fleurs sont petites (environ 2 à 3 mm), à 3 sépales et trois pétales beige verdâtre, 3 étamines et un ovaire à trois lobes. Les parties des racines et de la moelle de jonc ont été utilisées comme plantes médicinales dans la médecine orientale [41]. La tige de jonc est anciennement utilisée pour la fabrication traductionnelle comme, des nattes, des poufs et des corbeilles.

Les fibres du jonc utilisées aussi dans ce travail de ont été existe dans tout les régions de algerie et surtout les régions ayant un climat subtropical humide,

Les fibres techniques de Jonc ont été extraites à partir de leur tige par un procédé manuel d'épilage après 3 heures d'ébullition, sécher à une température ambiante de 24°C dans un état naturel sec pendant une semaine avant d'être analysées ou caractérisées. Les fibres du Jonc n'ont pas encore attirés l'attention de beaucoup de chercheurs dans le but de les utilisées dans la production des matériaux composites. Ce travail de recherche est probablement, à notre connaissance, l'un des premiers travaux ayant étudié les propriétés mécanique de la fibre de Jonc et d'avoir identifié ces propriétés mécaniques en traction. De plus, la proposition de son utilisation comme renfort dans les matériaux bio- composite élaboré et caractérisé en traction.



Figure I.13 : (a) Plante de jonc utiliser dans travailler, (b) Tige de jonc,

En raison du plusieurs chercheures aprofondue dans ce domaine, un aperçu complet de la littérature pertinente dépasserait le cadre d'un seul chapitre. Par conséquent, l'aperçu suivant de l'ensemble des connaissances disponibles doit simplement être considéré comme un point de départ possible pour une exploration plus approfondie.

# I.7. Conclusion

Les fibres végétales présentent de plusieurs avantages (faible cout, ressource renouvelable, biodégradabilité, caractéristiques mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). Les propriétés mécaniques et physiques de fibres varient considérablement, ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique structurale et dépendent du type de la fibre. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, varie d'une fibre à une autre depend la plante et leur age

#### **Chapitre II : Extraction des fibres végétales**

#### **II. Introduction**

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique de différentes méthodes extraction et de moulage utilisés dans les études des comportements composite.

Pour utiliser les fibres comme renforts, il est nécessaire de les extraire pour cela, il existe plusieurs procédés d'extraction mécanique, chimique ou biologique.

# **II.1** Extraction mécanique

## II.1.1. Laminage

Ce type d'extraction se fait en ramenant les tiges puis en les écrasant sous une presse ou par laminage ou encore par les deux opérations en même temps. Ce processus est répété plusieurs fois jusqu'à l'obtention des fibres séparées. [42].

#### II.1.2. Déflexion.

Cette technique se fait par deux actions combinées de grattage et de battage. Les machines appelées raspadors (grattoir en langue espagnole) râpent les feuilles et libèrent les fibres. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entrainé par un moteur, sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier ont été fixés. Les tiges insérées en amont de la machines, sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le côté opposé. La poudre et le bois passent à travers des cribles [43].

#### II.1.3. Teillage

Il consiste à séparer les fibres par un acte mécanique. Comme le Broyage et le battage, les tiges sont étalées, égrenées, débarrassées des débris autres que les fibres, étirées entre des rouleaux, broyées entre des rouleaux cannelés, battues pour éliminer les débris ligneux (bois et écorce) qui sont nommés les "anas" et pour mettre à part les graines. La fin de l'opération ou teillage proprement dit a pour but de séparer les fibres longues et les fibres courtes. Les fibres longues constituent la filasse ou longs brins qui partent vers les filatures pour la filière textile. Les fibres courtes ou étoupes de teillage seront transformées en "non-tissés" ou mélangées à d'autres fibres [44].

#### **II.2.** Extraction chimique

#### II.2.1. Procédé par les silanes

La modification par les silanes est une des techniques beaucoup étudiées dans la bibliographie que ce soit la modification directe des fibres lignocellulosiques ou de leurs fibres cellulosiques. Grâce à leurs réactivités, les silanes peuvent se coupler chimiquement avec les groupements de la matrice polymère, la modification chimique des fibres par les silanes se fait par réaction des alco- xysilanes avec les groupes hydroxyle de la cellulose en milieu aqueux acide ou basique [45].

#### **II.2.2.** Mercerisation

La mercerisation est un traitement chimique consistant à immerger la fibre végétale dans une solution basique, généralement de la soude (NaOH). Ce traitement permet d'éliminer en partie les composants tels que l'hémicellulose, la lignine et les pectines. Ces modifications au niveau de la structure, de la dimension, de la morphologie des fibres, s'accompagnent d'une optimisation des propriétés mécaniques. Cependant, il est nécessaire de modérer le traitement afin de ne pas modifier la cristallinité des fibres ni dégrader leurs propriétés. De plus, ce traitement permet de modifier la rugosité de surface et donc l'adhérence mécanique, mais surtout de libérer des groupements hydroxyle qui constituent des sites réactifs pour les agents de couplages [46].

#### II.2.3. Procédé Kraft

Le procédé Kraft ou procédé au sulfate est le procédé chimique papetier prédominant, il représente environ 90 % de la production mondiale de pâte a papier, en raison des meilleures propriétés de résistance de la pâte obtenue par rapport au procédé au bisulfite, de son application a toutes les espèces de bois et des systèmes efficaces de récupération des produits chimiques développes et mis en œuvre. L'amélioration des procédés de blanchiment a également participe à l'essor du procédé Kraft sur le procédé au bisulfite. Le terme "sulfate"

provient du nom du produit chimique d'appoint, le sulfate de sodium (Na2SO4), que l'on ajoute au cours du cycle de régénération pour compenser les pertes de produits chimiques. Les produits chimiques actifs composant la liqueur de cuisson, dite « liqueur blanche», sont l'hydroxyde de sodium (NaOH) et le sulfure de sodium (Na2S) [47].

## **II.3** Extraction biologique

#### II.3.1. Le rouissage

Le procédé de rouissage utilisé pour l'extraction des fibres longues résulte de la séparation des massifs de fibres des autres types cellulaires non fibreux grâce à la digestion des cellules vivantes par les microorganismes. Le rouissage consiste en une dégradation des composés hydrosolubles de paroi cellulaire. Il existe beaucoup des procédés de rouissage à savoir :

#### II.3.2. Rouissage à l'eau

Le rouissage à l'eau sert à provoquer la décomposition de ce qui tient les fibres à la paille. Il repose sur le principe que les tiges sont plongées dans l'eau pendant plusieurs jours. Les tiges sont soumises à l'action de bactéries anaérobies. Dès que les fibres se détachent sur toute la longueur, la plante est sortie de l'eau pour être séchée. Cette technique donne de bonnes résultats mais elle présente un handicap majeur : la pollution de l'eau. Le rouissage à l'eau est effectué en général en cuve, dans de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce que les fibres soient délignifiées et non adhérentes [48].

#### II.3.3. Rouissage à terre

Le rouissage à terre qui consiste à laisser sur terre, après fauchage ou arrachage, les tiges des plantes libériennes afin de provoquer l'action bactérienne développée par la microflore du sol grâce à l'alternance de périodes de pluies et de chaleur humide [49].

#### II.3.4. Rouissage microbien

C'est est un procédé naturel, rapide et semi-contrôlé durant lequel les parois végétales sont partiellement dégradées par les micro-organismes afin de faciliter l'extraction des fibres pour différents usages [23]. Cette technique, directement liée aux conditions atmosphériques et hydrographiques, nécessite une durée d'action de l'ordre de 2 à 5 semaines. [50]

# II.4 La Résine

Les polyesters insaturés sont des thermodurcissables qui sont principalement utilisés dans la fabrication des matériaux composites. C'est la résine la plus utilisée dans l'application des composites de grandes diffusion (GD). Une résine PU contient un monomère insaturé qui est généralement le styrène, elle est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxydes organiques et d'un accélérateur. La résine passe successivement de l'état liquide visqueux à l'état de gel puis à l'état de solide infusible. La réaction de durcissement dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabrique, de la nature et du dosage du système catalytique.

1- Les différents types de polyester insaturé: Généralement, il existe quatre variétés de résine polyester:

- ✓ Orthophtaliques : c'est la résine la plus courante à un prix plus bas, ils se prêtent moins bien aux intempéries, la résine est basée sur un mélange d'anhydride phtaliques et d'anhydrides maléiques estérifié par du propylène glycol.
- Isophtaliques : donnant une meilleur tenue aux intempéries surtout à l'humidité, le prix est plus élevé que les orthophtaliques ;
- ✓ Chlorés: apportant l'auto exigibilité;
- ✓ Bisphénols:possédant de bonnes caractéristiques chimiques et thermiques.

2- Obtention des polyesters insaturés: D'une manière générale, les polyesters insaturés sont obtenus par polycondensation d'un polyacide et d'un polyalcool. D'une façon plus détaillée, les polyesters sont obtenus suivant deux étapes:

D'abord, la réaction de condensation de diacide et du diol conduit à l'obtention d'ester et d'eau. (Réaction d'estérification) On obtient ensuite du polyester à partir de la réaction de polymérisation de l'ester. La réaction de polymérisation étant exo thermique et catalysée par du peroxyde organique et d'un accélérateur.

#### II.5. Assamblege des fibres

La plupart des fibres travaillent bien en traction, mais offrent de moins bonnes performances en cisaillement. Il est donc impératif de jouer sur mode d'assemblage et sur la géométrie des renforts pour créer une architecture. Les renforts sont assemblés dans le but de faciliter leur mise en forme. On peut cites quelque type d'assemblage des fibres:

✓ Les mats

- $\checkmark$  Les tissues unidirectionnels (UD)
- ✓ Les tissues bidirectionnels
- $\checkmark$  Les tissues multidirectionnels.

#### II.1.1. Les mats

Les mats sont des nappes de fibres continus ou bien discontinus aléatoirement distribués dans un plan sans orientation préférentielle. Ceux-ci sont maintenus ensemble par un liant qui peut ou non être soluble dans la résine, selon l'application. L'absence d'orientation favorable des fibres conduit à des propriétés mécaniques isotropes dans le plan des mats [51].

#### **II.5.2.** Les unidirectionnels (UD)

Dans une nappe (UD), les fibres sont disposées parallèlement les unes aux autres en trames très légères

#### II.5.3. Les tissus

Le tissu destiné aux fibres dans composites est une surface souple, constituée par un assemblage des fibres tissés ou torsadés, obtenue par entrecroisement des mèches selon deux directions perpendiculaires, chaîne et trame, ils peuvent avoir différentes armures [52]. On distingue généralement: la toile, le sergé et le satin.

#### II.5.3.1. Taffetas (toile)

Chaque fil de chaîne passe dessus puis dessous chaque fil de trame, et réciproquement. Le tissus a une bonne planéité et une relative rigidité, mais peu déformable pour la mise en œuvre. Les nombreux entre croisements successifs génèrent un embuvage et réduisent les propriétés mécaniques [53].

#### II.5.3.2. Sergé

Chaque fibre de chaîne flotte au-dessus de quelques fibres de trame et chaque fibre de trame flotte au-dessus de fibres de chaîne. Armure de plus souple que le taffetas ayant une densité bonne de fibres [54].

## II.5.3.3. Satin

Chaque fibre de chaîne flotte au-dessus de plusieurs (n-1) fibres de trame et réciproquement. Ces tissus ont des différents aspects de chaque côté. Ces tissus sont faible souples et adaptés à la mise en forme des géométries des pièces complexes. Une forte masse spécifique ce type de tissus [55].

## II.6. Matériaux composites structuraux

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types : les monocouches (Figure II. 1), les stratifiées (Figure II. 2) et les sandwiches (Figure II. 3).

#### II.6.1. Monocouches

L'élément de base de l'architecture composite (Figure I1.1). Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes [55].



Figure II.1 : Composite monocouche



Figure II.2 : Composite stratifiée

# II.6.2. Sandwichs

Ce sont des matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et de faible résistance (Figure I1.3). L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. L'assemblage des peaux avec l'âme se fait généralement par collage, par soudage ou par polymérisions dans les moules dans le cas des composites plastiques. Les âmes peuvent être pleines (bois, mousse, ...etc.) oucreuse (alliages métalliques léger, papier, ...etc.). Les peaux sont généralement des stratifiées ou des feuilles d'alliage légers. Les âmes les plus utilisées sont de type nid d'abeilles, âme ondulée (Figure I1.4) ou mousse [55]. Les matériaux les plus couramment utilisés sont :

- pour les âmes pleines
- Le balsa ou bois cellulaire
- diverse mousses cellulaires
- des résines chargées de microsphères creuses de verre, appelées mousses syntactiques
  - pour les âmes creuses, essentiellement nid d'abeilles et profilés
  - des alliages métalliques légers
  - du papier kraft (enduit ou non de résine)
  - du papier polyamide, type papier Nomex



Figure II. 3 : Eprouvette en composite sandwich



Figure II.4 : coupe transversal d'un composite sandwich

#### II.7. Mise en œuvre des matériaux composites

## **II.7.1.** Moulage par injection

Le moulage par injection est l'une des méthodes les plus importantes appliquées pour former des produits en plastique, surtout de coque mince. Parmi les avantages du moulage par injection on peut citer : le court cycle de fabrication, le faible coût, le bon état de surfaces et les bonnes propriétés mécaniques du produit final. Ce qui diffère entre ce procédé de fabrication et l'extrusion, c'est que la vis dans ce procédé de mise en forme joue un autre rôle très important qui est le rôle d'un piston. Une fois la matière arrivée à la troisième zone, la vis recule en dosant une quantité bien définie de matière qui sera ensuite injectée dans un moule pour la mise en forme. Ceci représente une autre différence par rapport à l'extrusion, au terme de laquelle le produit final est sous forme d'un profilé bien déterminé. Ce procédé nous permet donc de fabriquer des pièces de géométrie plus complexes et de meilleure qualité (Figure 1.15) présente les la procédé par injection [56].

#### **II.7.2.** Moulage par compression

Le moulage de matériaux composites avec la technique de compression basse pression est mis en place à l'aide d'une presse à compression, d'un moule et d'un contre-moule rigide. Dans un premier temps, le mat (renfort) est disposé sur le moule inférieur. La résine est ensuite versée sur le mat. La presse est alors fermée et mise sous pression. Le moule et le contre-moule pressent la résine et le mat, l'obligeant à former un matériau composite et à se répartir uniformément, en évacuant le surplus de matière via les orifices prévus à cet usage. Lorsque le matériau est dur, les moules peuvent être séparés pour procéder au démoulage. Dans certains cas, une étape d'ébavurage sera nécessaire [56].

#### **II.7.3.** Moulage au contact

Le moulage par contact (ou moulage au contact) (Figure I1.5), est une technique de moulage de matériaux composites relativement ancienne. Si elle est simple en théorie, elle demande en pratique un savoir-faire précis, et doit être mise en place par des personnes expérimentées. Idéal pour la fabrication de pièces lourdes ou volumineuses, le moulage par contact est principalement utilisé pour les petites séries [56].



Figure II.5 : Moulage au contact

# **II.7.4.** Moulage par projection

Le principe consiste à projeter un jet de résine, dans lequel se dépose, a l'aide d'un coupeur, des fibres de verre de 3 à 4 cm de longueur qui vont se plaquer contre les surfaces du moule. Une opération de bullage est nécessaire pour homogénéiser la matière et retirer l'air emprisonné (Figure 1I.6). Ce procédé à l'avantage d'utiliser un outillage assez simple, avec une certaine rapidité d'exécution [56].



Figure II.6 : Moulage par projection

# **II.7.5.** La pultrusion

La pultrusion est un procédé industriel modulable de fabrication de matériaux composites à matrice organique (thermoplastique ou thermodurcissable), qui permet l'obtention en continu de profilés de section géométrique constante. Comme exemples de produits pultrudés, citons :

- en génie électrique : chemins de câble, perches isolantes, échelles
- parmi les applications anticorrosion : conduites pour fluides, garde-corps, boulonnerie.

• en sports et loisirs : cannes de hockey, bâtons de ski, cannes de golf, flèches, lattes de voile ou de cerf-volant.

• dans le bâtiment : boulons d'ancrage, panneaux de façade, câbles de traction, poutres, signalisations, fenêtres, bancs de stade.

• dans les transports : assemblages de panneaux isolants.

## II.8. Synthèse de recherches réalisées sur les fibres végétales

Le sisal est de plus en plus souvent utilisé dans les matériaux composites pour l'industrie automobile, l'ameublement et la construction. Pour cela, de nombreux auteurs se sont intéressés à l'élaboration, la caractérisation et le développement des composites à base de fibres de sisal, dont Ahmad et al. Polyéthylène (PE)/Sisal [57], Sangthong et al. Polystyrène (PS)/Sisal [58] et [59,60]

Panaitescu et al. [61] ont étudié l'effet du taux de la charge sur les propriétés mécaniques du composite PP. fibres de sisal, et ont montré que la résistance à la traction et le module d'élasticité augmentent avec le taux des fibres de sisal. Le module d'élasticité devient double dans le domaine de concentration 0, 5, 10, 15, 20, et 25%. L'augmentation du pourcentage de renfort lignocellulosiques améliore quasi systématiquement les performances mécaniques des composites bois/polymère (CBP), Cependant, une trop grande quantité de bois implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse des performances dans certain cas. Il faut aussi souligner, qu'il existe une proportion de renfort au-delà de laquelle des difficultés majeures apparaissent, notamment au niveau du mode de fabrication [62].

Nekkaa et al. [63] ont étudié l'absorption d'eau des composites PP/GE traitées par le silane Z-6020 et par l'acide stéarique. Les résultats ont montré que le taux d'absorption d'eau dépond du temps et du taux de fibres de Genet d'Espagne dans les matériaux composites. Ainsi, les composites PP/GE à un taux de fibres élevées ont le taux d'absorption d'eau le plus élevé. Le taux d'absorption d'eau des matériaux composites PP/GE dépond aussi de la température. L'augmentation de la température, accélère la mobilité des segments ce qui facilite la diffusion de l'eau dans le matériau. D'autre part, les résultats ont montré que le traitement des fibres a contribué a une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Ceci est dû à une diminution des groupements hydroxyles qui réagissent avec l'agent de couplage.

Dhakal et al. [64] ont étudié le comportement d'absorption d'eau et son influence sur les propriétés mécaniques des composites polyesters insaturé/fibres de chanvre. Les échantillons des composites ont été immergés dans l'eau distillée a différentes température, l'ambiante et a 100 °C. Les Résultats obtenus ont montré que le taux d'absorption d'eau pour les composites augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Le processus d'absorption d'eau à la température ambiante suit la loi de Fick alors que le processus d'absorption à 100°C est un comportement non Fickien. D'autre part, les résultats ont montré que le vieillissement change le comportement mécanique des composites, en provoquant une diminution des propriétés mécaniques (traction et flexion).

Belaadi et al. [65] indiquent que les propriétés mécaniques des composites polymères renforcés de fibres de sisal sont largement influencées par les propriétés mécaniques de ces fibres. À travers leurs études, ils ont analysé le comportement mécanique des fibres de sisal et ils ont comparé avec d'autres biocomposites en fibres de jute et juncus ; où ils ont remarqué l'existence de la même influence des fibres sur le comportement globale des composites.

P.V. Joseph et al. [66] ont analysé dans leur travail, l'effet d'absorption d'eau sur la résistance à la traction des composites sisal/PP. Ils ont constaté que la contrainte maximale de traction diminue en fonction la duré d'immersion. Ainsi que ils ont constaté que les composites avec des fibres traitées, présentent une résistance plus élevée que ceux avec des fibres non traitées. Alvarez et al [67] ont étudie les propriétés mécaniques des stratifier de polymères renforcés par des fibres de sisal. Ils ont montré que la déformation à la rupture augmente avec le temps d'immersion dans l'eau, lors l'extraction de ces fibres.

Neha Uppal et al [68] ont remarqué que les composites contenants de courtes fibres de sisal déchiquetées ont des propriétés mécaniques élevées comparés à celles formés en tissu de sisal. Le vieillissement de ces fibres modifie également les propriétés mécaniques des biocomposites par rapport à ceux ayant des fibres de sisal nouvellement hachés.

Senthilkumar et al. [69] ont examiné les propriétés mécaniques des composites (type époxy) renforcés de fibres de sisal. Ces fibres ont été extraites par la méthode de décortication (Mécanique). Les fibres extraites ont été soumises à un traitement chimique avec des alcalis et des agents liants. Ces fibres prétraitées ont montré une tendance mécanique et hydrophile améliorée par rapport aux fibres non traitées. Ainsi, elles ont abouti à une liaison efficace aux interfaces fibre/matrice polymère. Les auteurs ont montré également que les propriétés

mécaniques des composites développés dépendent de diverses paramètres telles que : la longueur des fibres, l'orientation des fibres et la fraction volumique des fibres [61].

Ramesh et al. [70] dans leurs expérimentations ont utilisé des échantillons composites à base de fibre de sisal, avec un traitement alcalin (NaOH) selon différents poids des fibres. À travers les testes, ils ont montré que l'amélioration des propriétés mécaniques du composite, se fait par l'augmentant de la proportion des fibres jusqu'à une valeur seuil.

Une étude récente présentée par Bezazi et al. [71] a permis de déterminer les propriétés mécaniques des fibres d'Agave americana (genre de sisal américain) obtenus par deux méthodes d'extraction : celles obtenues par rouissage dans l'eau pendant 10 jours et celles obtenues par enfouissement dans la terre (méthode biologique) pendant 90 jours. Plusieurs longueurs de fibres sont testées à la traction. Les résultats obtenus montrent que la contrainte à la rupture et le module de Young sont influencés par la longueur de la fibre. Ainsi que, les résultats correspondant à la méthode biologique montre des meilleures valeurs que celles de la première méthode de traitement par l'eau.

Hari Om Maurya et al. [72] étudie les propriétés mécaniques du composite époxy renforcé de fibres de sisal, en faisant varier la longueur de la fibre et gardant un pourcentage en poids constant des fibres. Il a été conclu que la résistance à la traction du composite n'était pas améliorée en renforçant la longueur des fibres de sisal.

Maache M [73] a mené des travaux expérimentaux sur les fibres de jonc traitées et non traitées par la solution (NaOH) ayant différentes concentrations de (0,5% à 5%) et différentes durées de traitement. Il conclu que ce temps de traitement et la concentration de NaOH influencent considérablement sur les propriétés mécaniques des fibres de Jonc. Les meilleures propriétés mécaniques obtenues ont une concentration de 1% NaOH pendant une durée de 12h. Les composite renforcés par les fibres de Jonc (époxy/jonc) ont un comportement linéaire fragile jusqu'au la rupture brutale.

La pluparts des auteurs analysent donc le comportement mécanique des biocomposites à différents paramètres comme le traitement chimique à différent concentration ou à différents taux des fibres ou selon quelques méthodes d'extraction ; mais l'effet d'assemblage des fibres en groupe dans le composite n'a pas été traité. D'où l'idée d'étudier et tester l'effet des méthodes d'assemblage des fibres.

34

L'étude portée par (Amroune et al) [74] sur les fibres de bras de grappes des palmiers note que l'effet des traitements NoAH en variant le la dure et le de concentration de NaOH atribuze les caractéristiques mécaniques des fibres de bras de grappes des palmiers dattier. Les résultats obtenus exhibent une nette amélioration des propriétés mécaniques lorsque la concentration de la solution alcaline (0,5%) pour une temp d'immersion de 12h. Ce qui a permis une augmentation de la contrainte à la rupture et de module de Young à par rapport aux fibres non traitées.

Le recherche réalisé par (Belouadah) [75] sur la caractérisation d'une fibre cellulosique végétale Lygeum Spartum pour évaluer leur utilisation comme fibres dans les composites. Les tiges de Lygeum Spartum ont été coupées à une longueur de plus de 50 cm, lavées avec de l'eau distillée pour éliminer les pectines et la saleté adhérente, les tiges ont été immergées dans le récipient d'eau fraîche et couvert pour une dure de 13jours à température ambiante pour subir une dégradation microbienne. Constate quelque processus d'extraction de la fibre ont été brossées manuellement, lavées plusieurs fois pour d'éliminer toute matière indésirable. Apres, les faisceaux de fibres ont été séchés dans le four à 70 °C pendant 6h. Les fibres ont été soumises à une charge de traction quasi-statique et une vitesse constante de 1 mm/min à une longueur de mesure de 40mm. Les valeurs moyennes de la contrainte à la rupture, de la déformation à la rupture et du module de Young de de quelque échantillons été respectivement égales 280MPa, 13.2GPa. 1.49 – 3.74%.

# **II.9.** Conclusions

La disponibilité des fibres végétales avec les qualités requises est le point clé pour répondre à la demande et le cycle d'approvisionnement pour leur application en tant que renforts dans les matériaux composites. Il y a encore un besoin de développer les fibres végétales qui répondent à des normes de qualité élevées avec des propriétés homogènes tel que requis pour les applications de haut point. Le principe est de développer une gamme complète d'actions soigneusement contrôlées en commençant par la production et la récolte des cultures économiquement et écologiquement stable de la matière première, avec des procédures d'extraction des fibres et des traitements de fibres.

Ce papier représente un résumé du travail de recherche effectué jusqu'à maintenant sur le thème des matériaux innovants pour la construction durable et les matériaux de construction réalisé sur l'expérimentation d'une nouvelle fibre végétales pour pouvoir avoir un matériau composite biocompatible recyclable ayant des propriétés mécaniques et thermiques adéquates pour être utiliser dans les applications non structurelles dans des conditions de charge faible et à moyenne échelle. L'addition de cette nouvelle fibre extraite de la plante de jonc épars de nom scientifique (Juncus Effessus L.) dans les matériaux composites bio ou non représente une voie encourageante car elle permet l'amélioration de l'ensemble des propriétés du matériau. D'après l'étude bibliographique faite sur les fibres naturelles et plus particulièrement ceux issues des plantes végétales que les fibres végétales sauvages sont très rarement étudier par conséquence les composites à base de ces fibres sont rarement trouvables ou bien ils sont sur le point d'être réalisé. C'est dans ce contexte que ce travail de thèse a été entrepris.

# Chapitre III : Procédure expérimentale et caractérisations mécanique et structurelle

# III. Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter les matériaux utilisés dans cette étude, les constituants de base, les architectures des renforts, les composites et leurs procédés de mise en œuvre. Les différentes étapes et méthodologies expérimentales utilisées et les moyens pour l'obtention et l'analyse de nos biomatériaux sont présentées comme suit .

- > Description des deux plantes Sisal et jonc et leur fibres ;
- Méthodologie d'extraction des fibres de Sisal et jonc ;
- Méthodes d'assemblage :
- Microscope optique binoculaire de haute résolution.
- Présentation de types de résine étudiée (polyester insaturé) ;
- Fabrication des plaques bio composites ;
- Préparation des échantillons bio-composites de Sisal/polyester et jonc/polyester ;
- Préparation des échantillons unidirectionnels sans résine ;
- Description des conditions d'essais mécaniques.

# III.1. Choix des plantes et les méthodes d'extraction des fibres naturelles

Les fibres naturelles étudiées sont extrais des plantes sisal et jonc et elles sont illustrées par la figure III.1.



Figure III. 1. a, b: Plantes d'étude dans la nature, a/ sisal, b/ jonc

. Le choix des plantes est dicté par la disponibilité dans notre région du nord de l'Afriqueet par le facteur de renouvelabilité rapide, durant l'année. Il existe plusieurs méthodes d'extraction des fibres végétales [76,77], principalement selon les procédés : mécanique, chimique et biologique. Nous avons utilisé les suivantes :

- La première méthode d'extraction des fibres est mécanique, sous l'eau seule (Méthode de traitement par l'eau  $T_{Wt}$ ). Elle consiste à découper les tiges de jonc longitudinalement en deux tranches en longueur et de même façon pour les feuilles de sisal, puis on fait plonger ces feuilles de sisal et les tiges découpées de jonc dans un grand récipient d'eau. Elles seront gardées pendant 4 à 5 jours à une température ambiante, jusqu'à la saturation par l'eau. Ceci permet d'accélérer la séparation, ensuite les feuilles récupérés sont lavées et séchées, puis tapées mécaniquement et brossées manuellement pour extraire les fibres.

- La deuxième méthode est une méthode chimique (Méthode traitement Alcalin  $T_{Alk}$ ). Tel que, après avoir mettre les tiges ou les feuilles tranchées des plantes en question dans l'eau pendant 24h, on ajoute la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec une concentrations (7%) pour une durée de 48 heures à la température ambiante. Ensuite, elles sont bien rincées, puis les traces de NaOH sont neutralisées dans ces fibres par une solution d'eau distillée à 2% d'acide sulfurique (H2SO4) plongées pendant 30 minutes [65]. Après, elles sont émergées dans l'eau distillée pendant une heure pour avoir un PH neutre. Les feuilles obtenues sont posées sur un sol de matière souple, et avec un bâton en bois on frappe et on secoue ces feuilles et ces tiges jusqu'â la séparation des fibres. Enfin, elles sont séchées dans une chambre à une température ambiante pendant une durée de 24 heures. Les fibres obtenues sont présentées dans la (figure.III. 2)

- La troisième méthode est biologique sous terre humide  $(T_{Gr})$ , elle consiste à l'enfouissement des feuilles et tiges de sisal /jonc dans la terre humide pendant 55 à 57 jours [78]. Tel que, ces feuilles doivent être découpées préalablement longitudinalement en deux ou trois parties ; ceci permet de favoriser la biodégradation de ces feuilles (leur matrice naturelle), rendant ainsi l'extraction des fibres plus facile. Ensuite, les fibres obtenues sont lavées à l'eau puis séchées à une température ambiante.



Figure III. 2: Quelques Fibres naturels obtenus par les différents types d'extraction (N°1, 2, 5: fibres Sisal, N°3 et 4: fibres Jonc)

# III.2. Mise en forme de nouvel assemblage des fibres végétales des matériaux biocomposites

L'assemblage de fibres étudiées dans la structure des matériaux composites est mis manuellement en deux nouvelles formes en cordes, ajoutant la forme habituelle en linéaire. Donc, c'est en cordes par tressage et en cordes par torsion et enfin sous forme de fibres droites unidirectionnelles sans chevauchement qu'on a nommé : mono linéaires. Les cordes générées contiennent 6 fibres pour chaque.

#### **III.2.1.** Assemblage en cordes par torsion

Dans ce mode d'assemblage, les six fils de fibres sont groupés parallèlement et tordus par couple (2\*2\*2 fils) puis en ensemble de manière à former la corde par torse (figure 3a). Les mèches de fibres tordues dans ce cas-ci sont placées en une spirale dont le centre est celui de la corde.

## III.2.2. Assemblage en cordes par tressage

Une tresse est un assemblage de paquets de fibres en nombre de 6 fils. Les différentes mèches de fibres passent alternativement entre eux (voir figure III.3b), tel que le brin gauche est passé sur le brin voisin, et au-dessous du suivant. On procède ainsi jusqu'au dernier brin.

Le croisement des mèches se fait à un angle droit, et offre un schéma de damier oblique (figureIII. 3b).

# III.2.3. Assemblage droit unidirectionnelle des fibres

Dans ce dernier mode d'assemblage, les fibres sont groupées parallèlement en lignes quasi droites et unidirectionnelle sans chevauchement (figure III. 3c).



Figure III. 3: Assemblage des fibres en : a/ cordes par torsion. b/ cordes par tressage; c/ fibres droites unidirectionnelles

# III.3. Préparation des échantillons unidirectionnels sans résine de Sisal et Jonc.

Dans un premier temps nous nous sommes intéressés à l'étude comportement fibres unidirectionnelle (droite) obtenues par différentes méthode d'extraction. Afin de connaître les propriétés des fibres, d'un autre côté l'effet du traitement chimique sur les fibres qui nous permettent de développer un matériau bio-composite.

La technique adoptée pour faire est nécessaire de préparer des éprouvettes fabriques en papier onduler, en pose les 250 fibres sur cette éprouvettes. Le but que les fibres reste tendue entres les mâchoires de la machine de traction, qui correspondent au test approprié (traction) après la fixation l'ensemble (éprouvette en papier /fibres), en coupe l'échantillon au milieu avant de lancer le test de traction. On constate que le les fibres reste droite et tendue entre les mâchoires de la machine de traction Figure III.4).



Figure III. 4: Assemblage des fibres en : a/ Échantillon en papier onduler (modèle, b/ échantillons en fibres unidirectionnels.



Figure III. 5: Quelques Fibres naturels obtenus par les différents types d'extraction (N°1, 2, 5: fibres Sisal, N°3 et 4: fibres Jonc)

Déforment de plus en plus vers l'extrémité du porte-à-faux. Pour toute section, la déformation de cisaillement est nulle aux fibres extrêmes et maximale à l'axe neutre. Ceci suit la forme déformée de la section, où la déformation est minimale aux fibres extrêmes et maximale à l'axe neutre. Puisque la contrainte de cisaillement est directement proportionnelle à la déformation de cisaillement, la contrainte de cisaillement est maximale à l'axe neutre de la section.

# III.4. Réalisation des plaques stratifiées de composite et des plaques en résine unique ainsi que leurs éprouvettes

L'objectif de fabriquer nos plaques en matériaux bio-composites, on a préparé au premier lieu les fibres végétaux puis assemblées et on a aussi préparé une résine de type

polyester à base de trois composants. Ce type de polyester a été choisi car il est le plus utilisée et le moins chère.

La matrice en polyester est obtenue par un mélange d'une résine primaire avec un durcisseur (7%) et un accélérateur (3%) en volume. Les éprouvettes de traction en polyester (résine seule) sont obtenues à partir des plaques préparées manuellement. Ces éprouvettes sont utilisées comme référence pour les éprouvettes des bio composites.



Figure III. 6: les Produits utilisés pour préparer de la résine polyester insaturé et Graisse pour démoulage

Les plaques stratifiées (bio-composite) unidirectionnelles sisal/polyester et jonc/polyester sont réalisées en monocouches (simple pli), tel que la masse des fibres dans une plaque est environ 30±0.5g balance de mesure le poids (figure III.7). Les extrémités des fibres sont attachées par un ruban adhésif à double faces au bordes du moule, lors leur dépôts. Ceci est fait pour assurer que les directions des fibres soient en parallèle et droites lors la coulée de la résine manuellement.



Figure III. 7: Photo de Balance électronique meure de poids.

# **III.5.** Moulage par contact

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté plusieurs états de fibres extraites différemment et présentant une structure fibreuse et des propriétés particulières permettant son utilisation pour une telle application. Donc, nous allons essayer dans cette partie de développer des matériaux composites renforcés par des fibres de Sisal et joncs pour évaluer leurs performances et les comparer à d'autres matériaux.

Aussi nous allons évaluer l'effet des paramètres de fabrication des matériaux composites sur ces propriétés en traction. Pour ce faire, nous avons choisi de préparer des échantillons en utilisant des fibres en Sisal et Jonc, nous avons, dans cette étude, les fibres ont subi par trois traitement séparation des fibres (traitement chimique, a l'eau seul et sous terre humide). Pour cette étude, trois paramètres de fabrication ont été variés : la structure du renfort (assembles) par trois méthodes,

#### III.6. Mise en œuvre des matériaux composites

La fabrication des éprouvettes de composites a été réalisée au laboratoire, à température ambiante. Pour ce faire, la technique de moulage par contact a été utilisée. La facilité de cette technique de mise en œuvre, nous a permis utiliser un moule en Plexiglas pour préparer les plaques avant 2 mm d'épaisseur Les épaisseurs des plaques sont contrôlées à l'aide des cales métallique (2±0.1 mm) Figure 3.Les extrémités des fibres sont attachées par un ruban adhésif a double faces au bordes du moule, lors de leurs dépôts. Ceci fait pour assurer que les directions des fibres soient en parallèle et droites lors la coulée de la résine manuellement. Dans tous les cas méthodes extractions et assemblage des fibres Sisal et Joncs, puis passer une fine couche de résine et nous procédons à la disposition des couches successives de renfort imprégnées de la résine polyester obtenue est catalysée et durcie dans des proportions comprises entre 2 à 3% en masse de résine primaire. Les 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 d'ébullition (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 (dé bullage) est une étape essentielle. Par suite, le moule est fermé (couvre en pixglase) et pressé pour éliminer les bulles d'air piégées et aussi pour avoir une épaisseur uniforme pour tous les composites.

Une fois les plaques réticulées, elles subissent toutes un cycle de polymérisation de 24 heures à une température ambiante avalant démoulage. Afin d'avoir une polymérisation totale de la résine polyester, les plaques stratifiées sont laissées à l'air libre pendant 3 jours avant d'être découpées en éprouvettes a l'aide d'une tronçonneuse spécifique refroidie. Les plaques bio-composites fabriquées en dimension de 180 mm X 170 mm (figure 4) sont découpées en éprouvettes selon les noms ASTM 3039 [79]

Dans cette partie, nous avons étudié l'effet des paramètres de fabrication des composites sur leurs performances mécaniques à savoir la traction. Une série d'essais préliminaires est réalisée avant de fixer le plan de travail choisi. Nous avons décidé de fabriquer des composites en utilisant deux types de fibres (fibres Sisal et Jones) trois méthodes d'extraites et technique d'assemblages.



Figure III. 8: Dispositif conçu pour la fabrication des composites.

Afin d'estimer le taux massique des fibres, chaque plaque a été pesée avec une balance électronique de précision (0,01g). Les dimensions des éprouvettes de traction sont indiquées sur la figure 4b [79], Les éprouvettes ainsi obtenues ont été, ensuite, équipées avec des talons en aluminium aux extrémités, 25 mm en longueur, afin de réduire les effets de concentration de contraintes liés à la pression de serrage des mors dans les machines d'essai. L'une des éprouvettes, équipée de talons est présentée même Figure 4



Figure III. 9: a/ Quelques plaques de sisal et jonc élaborées selon le mode d'assemblage.

# III.7. Géométrie des éprouvettes d'essais de traction



Figure III. 10: a/ géométrie des éprouvettes élabores pour essais de traction b/ Quelques éprouvettes de traction avec des talons.



Figure III. 11: Photos des éprouvettes élabores pour essais de traction avec des calles.

## III.8. Géométrie des éprouvettes de résilience

Dans le cas des éprouvettes de résilience (entaille en V) pour essai Charpy (figure III.12) leur géométrie et leurs Dimensions sont conformes à la norme *NE 3.03.070* selon la Méthode *3a*. Nous avons utilisé un mouton pendule



Figure III. 12: a) shemain des éprouvettes pour essais de résilience. b) photo des échantillons.

# III.9. Caractérisation mécanique et structurelle des composites Sisal /polyester et Jonc/polyester

#### **III.9.1** Essais de traction.

Une étude des propriétés mécaniques des composites en sisal/polyester et en jonc/polyester, accompagnée d'une étude microstructurale est nécessaire pour caractériser les plaques stratifiées. La détermination des propriétés mécaniques principales est effectuée uniquement par des essais de traction monotone. Ces essais de traction ont été effectués sous une machine universelle type *ZwickGmbH& Co* (figure 5a), avec une pré-charge de 1N, et jusqu'à la rupture. Afin d'assurer une bonne reproductibilité des résultats trois éprouvettes au moins pour chaque catégorie sont testées à la même vitesse d'essais, qui était quasi-statique d'ordre de 1 mm/min (laboratoire LMNM, université de Sétif). La direction des efforts de traction est la même que l'orientation des fibres.

Les éprouvettes de traction (figure 5b) sont conformes à la norme ASTM et ayant les dimensions suivantes : Longueur totale L= 175 mm, Epaisseur h=2 mm et largeur b= 25 mm. La longueur des étalons métalliques au bout des éprouvettes est égale à 25 mm. Ces derniers servent à éviter l'écrasement sous les morts de la machine de traction. Le sens longitudinal des éprouvettes est choisi de même sens que celui des fibres.



Figure III. 13: a/ Machine d'essais de traction avec zoom sous l'essai. b/ Quelques éprouvettes libres de traction.



Figure III. 14:Éprouvettes en composites après les essais de traction.

# III.9.2. Essais de la résilience.

Les tests de résilience de Charpy (essai au choc) Figure III. 15, sont les essais les plus utilisés pour mesurer la résilience d'un matériau composite. Des éprouvettes entaillées dont les deux extrémités sont posées sur un support sont heurtées par un marteau en leur centre pour la couper en deux



Figure III. 15: Photo dune machine essais de résilience.

Les essais ont été réalisés selon la norme *NE 3.03.070*ASTM 06110.Pour faire un essai, on libère le pendule (marteau) d'une hauteur fixe h sans vitesse initiale. Quand le pendule vient frapper l'échantillon, il a une énergie cinétique qui est égale à l'énergie potentielle qu'il avait à sa position de départ. Le marteau continue sa course jusqu'à ce atteigne une hauteur maximale h' qui devrait être inférieure à la hauteur initiale h.L'énergie absorbée W peut être calculée à partir de la différence des énergies potentielles du pendule.

$$W = m \times g \times (h - h') \tag{III.1}$$

Avec : m = masse du mouton-pendule [kg]

g = Accélération terrestre. [M s<sup>-2</sup>] (9.80665)

h = hauteur du mouton-pendule à sa position de départ [m]

h' = hauteur du mouton-pendule à sa position d'arrivée [m]

Calcul de la résistance Kcv : 
$$K_{CV} = \frac{w}{s} \left( \frac{J}{Cm^2} \right)$$
 (III.2)

d'ou : W en Joules et S en cm<sup>2</sup>

Poids: env. 1.0 kg

# III.10. Microscope

Les observations micro-structurelles des différents fibres des composites et les zones de fissuration des éprouvettes de traction sont menées par un microscope optique (M.O) à différent agrandissement. Tandis que les faciès de rupture de quelques éprouvettes sont observés par MEB.



Figure III. 16: Photo d'une Appareille du Microscope.

# III.11. Conclusion

Le présent chapitre résume les différentes étapes pour élaborer des plaques de composite renforcer par des fibres végétales, suivi à la fin par les moyens de caractérisation pour montrer les effets de traitement et d'assemblage des fibres sur les propriétés mécaniques du mélange résine/fibres (sisal et jonc).

Donc, dans une première étape par la préparation des mélanges (polyester/fibre), on conclue que lorsqu'on incorporait les Fibres dans le résine, on constate que la bonne dispersion des fibres et l'homogénéisation du mélange résine/fibres dépend du taux des fibres et des conditions de mise en œuvre.

Dans une seconde étape, la mise en forme des éprouvettes de chaque essai se fait par moulage par contact et plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées pour la préparation des éprouvettes normalisées pour les tests de caractérisation.

La dernière étape touche les techniques expérimentales de caractérisation des matériaux élaborés des mélanges (polyester/fibres du sial et jonc

## Chapitre IV : Caractirisation des bio-composite Elabores (Fibres/Polyester) Résultats et discutions

#### **IV** Introduction

Par ce chapitre, on va présenter et étudier l'influence des méthodes d'extraction des fibres naturelles de leurs plantes ainsi que l'effet des méthodes d'assemblage (inclus quelques nouvelles techniques d'assemblage) de ces fibres sur les propriétés mécaniques et structurelles des bio-composites réalisés. On termine ce chapitre par l'illustration de quelques observations microscopiques de la morphologie des de ces fibres et leurs faciès de ruptures après les essais de traction avec des discussions.

#### IV.1. Analyse des essais de traction des bio composites

**IV.1.1. Propriétés mécaniques de la résine utilisée** La figure IV.1 montre un exemple d'éprouvette rompue de traction en résine de polyester seul après l'essai de traction. Tandis que les courbes de l'essai de traction de cette matière sont données par la figure 6b. Trois éprouvettes donc sont testées. On remarque que l'allure de ces courbes sont très proches entre eux sauf un léger décalage de l'allongement lors la rupture. Le comportement mécanique global des éprouvettes de la résine montre une équation contrainte-déformation type bilinéaire puis la rupture brusque. La limite élastique est environ 5±0.5 MPa (Figure IV.1). Le module de Young, la résistance à la rupture et la déformation de chaque éprouvette sont regroupés dans le tableau IV.1, associés avec des valeurs moyennes.



Figure IV. 1: Courbes de comportement mécanique des éprouvettes élaborées en polyester seul. Tableau IV. 1: Récapitulatif des propriétés mécaniques des éprouvettes de résine polyester.

	Module de Young E	Module de la	Contrainte à la	Déformation à
	(GPa)	zone plastique	rupture R <sub>m</sub> (MPa)	la rupture (%)
		E2 (GPa)		
Epr1	1.701	0.871	18.25	1.80
Epr2	1.533	0.805	15.12	1.52
Epr3	1.811	0.805	16.41	1.67
Valeur moyenne	1.681	0.827	17.33	1.66

Ce tableau IV.1 montre une contrainte maximale moyenne à la rupture atteignant une valeur de (17.33 MPa) avant la rupture de l'éprouvette. Cette valeur est comparable aux celles données par la bibliographie [80-86]. Le module de Young (zone élastique) à une valeur moyenne de 1.681 GPa et celui de la zone plastique est d'ordre de 0.827 GPa. Cependant le taux de déformation est de l'ordre de 1.66 %.

## IV.1.2. Propriétés mécaniques de la fibre élémentaire de sisal et de jonc

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

Le but de cette première étape est de connaître l'effet de 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 lot de 250 fibres pour chaque éprouvettes a déférents méthodes d'extraction (traitement chimique NaOH, le deuxième est par sous terre humide et enfin le dernier est dans l'eau). La longueur utile des éprouvettes de traction est égale à 130mm pour chaque type d'éprouvettes (Figure IV. 2).



Figure IV. 2 : Fibres élémentaires sisal et jonc, a) les fibres extraction b) les avant tracions c) les fibres après traction

Le choix de mode extraction a été diversifié pour déterminé son effet sur le comportement de traction (Figure IV. 3). Cette Figure IV. 3. représente le comportement Contrainte-Déformation jusqu'à la rupture des fibres de (sisal et Jonc) qui sont caractérisés par une région non linéaire suivie par une phase linéaire jusqu'à la rupture des fibres. La première phase est plus prononcée pour les fibres sisal et jonc pour différents procédé d'extraction (traitement chimique dans la terre humide suivie de celle extraite à l'eau), Ceci est valable pour toutes les longueurs de mesures utilisées. Il est important de signaler aussi que pour la deuxième phase les fibres dans quelques échantillons testés. On constate aussi que les fibres de sisal ont des valeurs notables et très important par rapport aux fibres de sisal. On signale que le traitement chimique rendre meilleur résultats par rapport aux autres traitements (sous terre humide et à eau) cette constatation valable pour les deux fibres de plante sisal et jonc.

Bessadok et al. [87] interprète la forme de ces courbes (fibres sous terre et fibres à eau) correspondant à un matériau dur. Les résultats obtenus se caractérisent par des dispersions qui sont due d'une part à nature de la plantes (sisal et jonc) et aussi aux méthodes d'extractions de ces fibres. En d'autres termes, les fibres ne possèdent pas les mêmes dimensions tout le long de feuille du sisal et à la tige de jonc, c'est à dire que les dimensions des fibres sont plus importantes au pied de la par rapport à sa tête et ceci est fonction de la maturation de la plante. De plus les feuilles externes et les fibres à la surface externe sont plus mures et

IV. 3.

possèdent donc des fibres de dimension plus grandes que celles des feuilles internes plus jeunes de la plante de sisal et aussi à la tige du jonc. Pour s'affranchir de la question des dispersions des dimensions des fibres, on a tracé les courbes contrainte déformation Figure



Figure IV. 3 : Comportement de renfort en fibres végétal (250 fibres de sisal et joncs) assembles unidirectionnelle (droite)

Tableau IV.2: Récapitulatif des propriétés mécaniques des fibres unidirectionnelles sisal et jonc.

250 Fibres	Symboles	Module de Young	Contrainte à la rupture
Assemblés -		E (GPa)	$R_m$ (MPa)
unidirectionnelle			
Sisal Traite NaOH	$f\text{-}S\_T_{Alk}$	16.17	163.019
Sisal traité sous terre humide	f-S_T <sub>Gr</sub>	12.81	160.226
Sisal traite par eaux	$f-S_T_{Wt}$	12.62	126.514
Jonc Traite NaOH	$f$ -J_T <sub>Alk</sub>	9.51	106.736
Jonc traité par eaux	$f-J_T_{Wt}$	8.20	101,533

## IV.1.3. Module de Young des différents bio-composites élaborés

Les résultats des modules de Young des éprouvettes des différents cas élaborés avec les fibres de Sisal (figure IV.4.a) et les fibres de Jonc (figure IV.4.b), sont présentés en histogrammes. Les différents cas étudiés concernent les trois types d'extraction : Avec

traitement chimique noté par «  $T_{ALK}$  », sans traitement chimique noté «  $T_{WT}$  » et effeuillement dans la terre noté «  $T_{Gr}$  » ; ainsi que les trois formes d'assemblage des fibres (assemblage en cordes par torsion « #1 », en cordes par tressage « #2 » et des fibres en lignes droites «#3 »).

On constate globalement que : le module de Young E des composites est plus important que celui de la résine pure et sa valeur a été amplifiée en plusieurs fois (de 2 à 7 fois de celui de la résine selon la nature des fibres (Figure IV.4). Cela est obtenu grâce à l'ajout de ces fibres.

A partir de la figure IV.4, on peut donc classer l'effet de la méthode d'extraction sur le module de Young des composites selon leurs valeurs comme suit formule (IV.1) :

Module d'élasticité E selon la méthode d'extraction se classe par :

$$E_{Res-Ref} < E_{Twt} < E_{TGr} < E_{TAlk} \tag{IV.1}$$

Ce résultat est valable pour les deux cas de plantes et quelque soit le type de forme d'assemblage.

A partir de la figure IV.a, on compare entre le module de Young de composite obtenu par traitement chimique  $(S-1_T_{Alk})$  et celui obtenu par l'extraction sous terre  $(S-1_T_{Gr})$  par rapport au module du même composite obtenu sans traitement  $(S-1_T_{Wt})$ . On observe qu'il a été augmenté d'environ de 70.01% et 13.60% respectivement; Même observation d'augmentation du module est constatée pour les autres cas de S-2 et S-3, mais par des faibles valeurs de pourcentage (%). On conclue que la méthode d'extraction par traitement avec NaOH a permis d'augmenté la valeur du module de Young du composite, par rapport aux autres méthodes d'extraction.

Cette constatation est compatible avec certaine bibliographies [88, 89].

Concernant les composites stratifiés renforcés par les fibres de jonc (figure IV.4.b), on a le module de Young évolue de la même manière que celui de sisal, selon les différentes méthodes d'extraction, mais avec une légère différence en valeur. Ce qui révèle l'importance et l'intérêt d'utilisé le traitement chimique des fibres. Cependant, il n'y a pas le cas de l'extraction sous terre "**Gr**" pour cette plante de jonc.
**Remarque**: Cette dernière méthode d'extraction par la technique d'enfouissement sous terre sur des fibres de jonc n'a pas été réussi lors les tests (aucune fibres serviables), donc son effet n'a pas été étudié. Ceci est dû à la dégradation très rapide et à la détérioration de ces fibres au cours de l'exécution de cette méthode à cause de faible quantité de la pectine dans cette plante. Alors cette plante ne résiste pas à cette technique d'extraction. A cet égard, cela justifie le peu d'études qui analysent cette plante dans la bibliographie, non seulement pour leurs faibles propriétés mécaniques mais sa faible aptitude à bénéficier de quelques méthodes d'extraction.

On récapitule que à la même nature de fibre et pour une méthode d'extraction donnée, le module de Young E du composite évolue selon les trois formes d'assemblage de la manière suivante :

 Le cas d'assemblage par torsion (#1) présente les valeurs les plus élevés du module comparé aux autres formes d'assemblage (#2, #3). Ils peuvent être classés donc comme suit :

Module d'élasticité E se classe selon la forme d'assemblage par :

$$E^{\pm 3} < E^{\pm 2} < E^{\pm 1}$$
 (IV.2)

On observe que le module de Young du composite renforcé par sisal est deux fois plus élevé que celui renforcé par jonc, pour les même caractéristiques.

Mais le manque crucial de références qui travaillent sur l'effet de la forme d'assemblage des fibres naturelles dans les composites, rendent l'importance évidente de la présente recherche et nos résultats pour mettre en valeur de ces techniques d'assemblage dans le domaine des bio-composites.

Les principaux propriétés mécaniques des matériaux bio-composites stratifiés élaborés (sisal/ polyester et jonc /polyester) sont récapitulés dans le tableau 2. Tel que : S= Sisal ; J= Jonc ;

On déduit de ce tableau figure IV.4, à partir des valeurs de la contrainte à la rupture, que cette dernière a presque la même tendance d'évolution que celui du module de Young selon les différents cas (la formule (IV.1) précédente). Ainsi, on a montré d'une part que les propriétés mécaniques des composites sont améliorées par rapport au cas résine seule à

plusieurs fois. Tel que principalement, on a  $R_m$  des composites augmente de 4 à 5 fois avec l'utilisation des fibres de sisal et 2 à 3 fois pour les fibres de jonc.



Figure IV.4. a, b : Module de Young des composites de : a) sisals/polyester et b) jonc/polyester.

Fibre/ matrice	Type D'assemblage	Symbole	Module Young E (GPa)	Module Young plastique E <sub>2</sub> (GPa)	Contrainte R <sub>m</sub> (Mpa)	éformation ε (%)
	Résine seule -Réf N°1(Polyste)	Res-ref	1.701	0.871	18.25	1.80
Sisal (S)	S- assemblage en corde par torsion	S1_TAIc	12.77	4.693	95.24	2.13
	S- assemblage en corde par tressage	S2_TAIc	9.724	4.057	88.02	2.30
	S- assemblage en corde par torsion	S-1_T <sub>Gr</sub>	8.524	3.728	82.3	2.35
	S- assemblage en corde par tressage	S-2_T <sub>Gr</sub>	8.229	3.828	74.76	2.50
	S- assemblage en corde par torsion	S-1_Twt	7.501	3.930	73.89	2.59
	S- assemblage en corde par tressage	S-2_T <sub>Wt</sub>	7.146	3.396	72.51	2.91
	S- assemblés en linéaire	S3_TAIc	6.704	3.176	74.8	2.88
	S- assemblés en linéaire	S-3_T <sub>Gr</sub>	6.436	2.843	74.8	3.04
	S- assemblés en linéaire	S-3_T <sub>Wt</sub>	5.635	2.810	72.17	3.21
Jonc (J)	J-assemblage en corde par torsion	J-1_T <sub>Alc</sub>	4.529	2.346	55.4	2.78
	J- assemblage en corde par tressage	J-2_T <sub>Alc</sub>	4.103	2.074	53.49	3.14
	J- assemblage en corde par torsion	J-1_T <sub>Wt</sub>	3.045	1.659	47.7	3.23
	J- assemblage en corde par tressage	J-2_T <sub>Wt</sub>	3.041	1.455	46.61	3.46
	J assemblés en linéaire	J-3_T <sub>Alc</sub>	3.187	1.335	43.27	3.92
	J- assemblés en linéaire	J-3_T <sub>Wt</sub>	2.230	1.193	45.29	4.6

Tableau IV.3. Caractéristiques mécaniques des composites élaborés en traction (sisal et jonc /polyester).

# IV.2. Influence de la forme d'assemblage des fibres sur les propriétés mécaniques des bio-Composites

## IV.2.1. Cas d'assemblage en corde par torsion #1

La figure IV.5. a, b, c représente l'évolution de la contrainte de traction en fonction de la déformation longitudinale, ceci pour les stratifiées sisal/polyester et jonc/polyester selon les trois méthodes d'extraction : Traitement par NaOH ( $T_{Alk}$ ) figure IV.5. a ; sans traitement

 $(T_{Wt})$  figure IV.5. b et sous terre  $(T_{Gr})$  figure IV.5. c, tel qu'on a introduit la courbe de la résine pure comme référence sur chaque graphe (Res-Ref).

La figure IV.5 montre un large écart entre les trois courbes de Sisal, jonc et la résine pure. Ceci est dû à la nature intrinsèque de chaque matière qui est très différente. On observe à travers l'évolution de ces courbes, qu'il ya deux phases quasi-linéaires suivies d'une rupture brutale (fragile) : donc une zone élastique très courte et l'autre plus large : la zone plastique, à partir d'environ 0,2% de la déformation. Alors on a un comportement bilinéaire sur les trois matières (figure IV.5). Ce comportement est dû à la réponse naturelle des renforts en fibres botaniques, tel que la résine les relit dans les bio-composites et dû à la spécificité de l'interface fibres/résine de chaque composite.

On constate selon les différents courbes (a, b, c) que les valeurs maximales (les pics) de la contrainte à la rupture se situent entre 95,24 MPa de  $(S-1_T_{alk})$  et 73,89 MPa de  $(S-1_T_{wt})$  et toujours suivi après ces maximums par une rupture brusque. Cela est obtenu avec un allongement entre 2.13% et 2,59%.

On conclue que la plus grande  $R_m$  de la contrainte maximale à la rupture correspond au composite renforcé par fibres de sisal et élaboré par le traitement NaOH. On constate aussi au niveau de la figure IV.5. b, un petit palier au milieu de la courbe de composite sisal élaboré sans traitement (S-1\_T<sub>wt</sub>) qui est due éventuellement par certains petites bulles d'air écrasées ou par un défaut de moulage ou par un glissement accéléré entre certaines fibres et la résine polyester [83].

La figure 9c montre une contrainte maximale d'ordre 82,30 MPa et un allongement de 2.35% de  $(S-1_T_{Gr})$  de la composite renforcé par sisal. Donc les valeurs de cette courbe se positionnent entre les valeurs de  $(S-1_T_{Alk})$  et  $(S-1_T_{Wt})$ .

Tandis que la contrainte maximale à la rupture qui correspond au composite renforcé par jonc (figure IV.5. a) est de l'ordre de 55,4 MPa (J-1\_T<sub>Alk</sub>) avec un allongement de 2,78%. Cette plante donne un composite plus faible en contrainte maximale mais a plus d'allongement, donc plus ductile comparai au sisal. Ceci est dû en plus de sa nature faible (densité de la pectine cellulaire faible) [88,90], les diamètres de leurs fibres sont plus fins que celui de sisal (mais on teste même quantité de la masse) et aussi due à l'absorption excessive de l'eau pour assurer l'étape d'extraction de ces fibres de jonc.



Figure IV.5 a, b, c. Courbes de traction des stratifiées assemblés en corde par torsion (sisal/polyester, jonc/polyester) selon les trois méthodes d'extraction. a) Traitement avec NaOH T<sub>Alk</sub>, b) traitement T<sub>Wt</sub> et c) méthode sous terre humide T<sub>Gr</sub>.

# IV.2.2. Cas d'assemblage en corde par tressage #2

La figure IV.6. a,b,c montre l'évolution de la contrainte de traction en fonction de la déformation des composites assemblées en corde de tressage (de fibres de sisal et jonc) selon les trois méthodes d'extraction. On constate que les propriétés mécaniques des matériaux biocomposites renforcés par les fibres de sisal sont meilleures que celles renforcés par les fibres de jonc, avec un accroissement de Rm d'ordre  $\approx 64\%$  et 55% par rapport aux celles de jonc (figures 10a et 10b respectivement). Ce qui amène à recommander d'utiliser les fibres de Sisal dans les bio-composites que les fibres de Jonc. Ces résultats sont déjà observés pour le cas précédent où en utilisant un assemblage des fibres en corde par torsion, et tel que ayant un accroissement maximale de Rm d'ordre  $\approx 72\%$  (figure IV.6.a). Toutefois, on a la meilleure contrainte maximale à la traction est observé légèrement faible de ce cas d'assemblage par tressage de sisal avec un taux de diminution d'ordre de 07.58% par apport aux résultats obtenue avec l'assemblage précédent (par torsion). On déduit que l'assemblage par torsion est meilleur qu'assemblage par tressage.



Figure IV.6 Essais de traction des stratifiées assemblés en corde par tressage en (sisal/polyester, jonc/polyester) élaborés selon trois méthodes d'extraction : a) Traitement avec NaOH  $T_{Alk}$ , b) traitement  $T_{Wt}$  et c) méthode sous terre humide  $T_{Gr}$ .

# IV.2.3. Cas d'assemblage des fibres assemblés en linéaire#3

La figure IV.7 montre l'évolution de la contrainte jusqu'à la rupture en fonction de la déformation des mêmes stratifies précédents mais pour des fibres assemblés en linéaire. Comme auparavant, on observe à travers l'évolution de ces courbes un large écart entre ces trois courbes (de Sisal, jonc et la résine pure). Ceci est dû aux mêmes raisons que précédemment (assemblage en corde par torsion et par tressage). On remarque qu'il ya aussi deux phases quasi-linéaires globalement de leur comportement.



Figure IV.7. Essais de traction des stratifiées assemblés en linéaire de (sisal/polyester, jonc/polyester) élaborés selon trois méthodes d'extraction : a) Traitement avec NaOH  $T_{Alk}$ , b) traitement  $T_{Wt}$  et c) méthode sous terre humide  $T_{Gr}$ .

On constate que les valeurs maximales des contraintes à la rupture ( $\approx$ 70MPa) sont abaissées d'environ  $\approx$ 25% comparai au premier cas (par torsion). Tandis que leurs déformations en majorité étaient agrandies pour ce cas d'assemblage. Ceci peut être justifié, par le fait que les fibres sont installées dans la résine d'une manière monotone et espacé sans chevauchement, réduisant ainsi la contrainte maximale par leur dispersion et facilitant l'allongement du bio-composite. On constate que le sisal a gardé toujours le meilleur comportement mécanique avec des bonnes valeurs maximales de contraintes  $R_m$  comparai au cas de renforcement par les fibres de Jonc. Aussi bien ce dernier garde les grands allongements avec des valeurs encore agrandis pour cet assemblage. Enfin, on peut déduire que les composites de l'assemblage en corde par torsion sont meilleures en comportement mécanique que les composites obtenus par les fibres assemblés en linéaire pour le même type de plante.

# IV.3. Influence de la méthode d'extraction des fibres sur les propriétés mécaniques des bio-composites

La figure IV.8.a, b, c présente selon les trois méthodes d'extraction des fibres étudiées (de sisal et de jonc) les courbes de traction (contraintes) en fonction de la déformation des mêmes composites. Les résultats de la figure IV.8.a montrent le cas du comportement des différents stratifiés obtenus par la méthode d'extraction par traitement chimique (T<sub>Alk</sub>). Les allures obtenus par cette méthode d'extraction montrent un écart d'un composite à un autre avec un classement déjà discuté auparavant, et prouvent que le comportement des composites ayant les fibres de sisal est le meilleure que ceux ayant les fibres jonc.

La figure IV.8.b montre l'effet de l'utilisation de la méthode d'extraction des fibre sans traitement chimique ( $T_{Wt}$ ) par un écart bien visible entre les courbes de sisal et celles de jonc, aussi bien on observe un rapprochement de ces courbes pour le même type de la plante en réduisant ainsi l'écart entre ses courbes (même fibres de plante), quoi ce soit le type d'assemblage (1,2 ou 3). Le rapprochement est vu en valeur maximale et aussi en évolution au cours de traction. La figure IV.8.c montre le cas de comportement des stratifiés obtenus par la méthode dite sous terre ( $T_{Gr}$ ). On constate au premier lieu l'absence des courbes aves des fibres de jonc. Avec cette méthode on note aussi le rapprochement des courbes de ce composite de fibres de sisal, avec des maximums de contrainte qui ce situent ente les deux cas précédents (8a et 8b).

Enfin, l'effet de la méthode d'extraction ( $T_{Alk}$ ,  $t_{Wt}$  et  $T_{Gr}$ ) et la nature des fibres (sisal et jonc) sur les propriétés mécaniques est bien claire sur ces différentes figures.

On conclue que la contrainte à la rupture augmente avec la complexité de la méthode d'extraction, tandis que la déformation à la rupture diminue globalement. Ceci est attribué à la mobilité réduite des liaisons hydrogènes entre la matrice et les fibres pour rendre rugueuse la surface des fibres afin d'améliorer la qualité de l'interface fibre/matrice. Ce qui a été confirmé aussi par la référence [91]. Pour cela, il est nécessaire de prendre en compte la meilleure méthode d'extraction lors l'utilisation et l'adapter à l'industrie des matériaux bio-composites



Figure IV.8. Courbes de traction des mêmes composites montrant l'influence des méthodes d'extraction, a)  $T_{\rm Alk},$  b)  $T_{\rm Wt}$  et c) $T_{\rm Gr}$ 

#### IV.4. Essais de la résilience

Le but de cet essai est d'observé, d'identifié et de quantifié globalement l'endommagement sous-impact (essai de choc) de structures en composite résine polyester renforces par fibres de sisal et jonc. L'échantillon a été élaboré pour prendre en compte ces phénomènes de rupture. Le moyen le plus classique pour caractériser la fragilisation du composite sous l'action d'un choc, est cet essai de résilience qui est un essai de choc sur une éprouvette entaillée en (V) et qui mesure la résistance d'un matériau à la rupture brutale.

Poids du bras de Charpy

Est: env. 10 kg



Figure IV.9. Eprouvettes rompues par choc Charpy

# **Résultats et discussion :**

Le Tableau IV.4 regroupe l'énergie absorbée et la résistance au choc pour composite à renfort végétal (fibres de sisal/polyester et jonc/polyester) respectivement. Les résultats obtenus de l'énergie absorbée pour ces types de composite sont: max de 0.4 N.m pour le composite de sisal et pour composite de jonc 0.9384 N.m

Le composite étudie dans le travail de Fu et al. Montre une énergie absorbée de l'ordre de 20000 MJ. Les composites à renfort naturelle montrent un excellant résultat comparant avec la fibre de verre.

Fibre/ polyester	Type D'assemblage	ymbole	Section (bxh) mm	Energie absorbée (N.m)	Kcv (J/cm <sup>2</sup> )
Sisal (S)	S- assemblés en linéaire	S-3_T <sub>wt</sub>		0.310	1.1923
	<ul> <li>S- assemblés en linéaire</li> <li>S- assemblés en linéaire</li> <li>S- assemblage en corde par torsion</li> <li>S- assemblage en corde par tressage</li> <li>S- assemblage en corde par torsion</li> </ul>	S-3_T <sub>Gr</sub>	-	0.312	1.2
		S3_T <sub>Alc</sub>		0.317	1.2192
		S-1_T <sub>Wt</sub>		0.383	1.4730
		$     S-2_T_{Gr}      S1_T_{Alc}      J-3_T_{Wt}      J-3_T_{Alc}      J-1_T_{Wt} $ 15x2	0.385	1.48	
			15x2	0.4	1.5384
	l- assemblés en linéaire			0.203	0.7807
	l assemblés en linéaire			0.223	0.8576
	I- assemblage en corde par torsion			0.229	0.8807
	I- assemblage en corde par tressage	J-2_T <sub>Wt</sub>		0.237	0.9115
Jonc (J)	I-assemblage en corde par torsion	J-1_T <sub>Alc</sub>		0.244	0.9384

Tableau IV.4: Energie absorbée pour un composite à renfort végétale (fibre de Sisal et jonc/polyester).



Figure IV.10. Energie absorbée en fonction de mode d'assemblage et technique d'extraction des fibres (sisal et jonc)



Figure IV.11. Résistance au choc en fonction de mode d'assemblage et technique d'extraction des fibres (sisal et jonc)

#### IV.4.1. Conclusion

Les tests Charpy à faible énergie d'impact ont permis de montrer que les sollicitations hors axe du renfort unidirectionnel à un effet notable sur l'énergie absorbée et à la résistance au choc. Les essais réalisés présentent parfois une dispersion des caractéristiques intrinsèques des composite et des fibres qui est une caractéristique des matériaux hétérogènes. Elles sont dues au mode d'élaboration des échantillons (moulage au contact) et au mode d'assemblage de fibres unidirectionnelles utilisées, et même pour la technique d'extraction des fibres.

#### IV.5. Caractérisation structurelle des bio composites élaborés

## IV.5.1. Observation de différentes fibres utilisées

Des analyses d'observation de fibres de sisal et jonc sans la résine et d'autres dans la résine ont été faites en utilisant la Microscopie Optique (M.O Optical Microscopie) et la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Les fibres observées sont issues par les trois méthodes d'extraction : Traitement avec l'eau seul ( $T_{wt}$ ) et traitement Alcalin ( $T_{Alc}$ ), traitement par l'effet de l'humidité en sous terre ( $T_{Gr}$ ).

La figure IV.12.a, b, c montre des micrographies typiques par microscopie optique de fibres sisal obtenues selon les méthodes d'extraction précédentes respectivement. Les mesures

de diamètres des fibres sont récapitulées en intervalle et en valeurs moyennes, dans le tableau **IV.5**, selon la nature des plantes et selon les méthodes d'extraction de ces fibres. Les diamètres moyens ont été déterminés à partir de cinq échantillons (fibres) sur la partie médiane de sa longueur (tableau IV.5). Ces mesures montrent l'effet de la méthode d'extraction sur la valeur moyenne du diamètre d'une fibre. On a constaté aussi que les fibres dans la résine ont subit un gonflement (augmentation diamètre d'environ 18 à 20%).

On découvre que la première méthode d'extraction  $T_{Alc}(NaOH)$  donne des fibres ayant des diamètres relativement faibles, comme 270 µm pour sisal et 165 µm pour jonc, par rapport les autres méthodes. Ceci est peut être justifié par le fait que le traitement chimique alcalin de cette méthode impose que la matrice végétale de la plante soit complètement détacher des fibres et résulte des fibres fines avec des surfaces latérales lisses. Ainsi la deuxième méthode T<sub>Wt</sub> donne des valeurs de mesure de diamètre plus élevés pour les fibres des deux plantes (tableau **IV.5**).

Tableau IV.5 : Récapitulatif les mesures de diamètres des fibres.

Tandis que la troisième méthode  $T_{Gr}$  révèle des valeurs de diamètres des fibres plus importantes qu'auparavant. Donc, on note que le taux d'accroissement des diamètres

Type de fibre		Fibre de Sisal			fibre de Jonc		
Type extraction	Traitement Par (T <sub>alk</sub> )	Traitement Par eau (T <sub>Wt</sub> )	Traitement Sous terre himid (T <sub>Gr</sub> )	Traitement Par (T <sub>alk</sub> )	Traitement Par eau (T <sub>Wt</sub> )		
Diamètre (µm)	210-330	270-360	340-560	110-220	170-260		
Moyenne (µm)	270	315	450	165	215		

moyennes mesurés des fibres de sisal comparai à la première méthode est d'ordre de 66%. Ceci est induit par l'effet de la méthode d'extraction par l'humidité en sous terre sur la séparation des fibres où on constate les traces de la pictine et les cellules de la matrice végétale de la plante sur la périphérie des fibres obtenus. Ceci est malgré le rinçage des fibres obtenues. Par conséquent, ces traces de la matrice végétale non éliminés sur les fibres ont augmenté leurs diamètres et réduit leurs nombre dans la stratifié pour la même masse utilisée dans les bio composites. Ce qui induit des propriétés mécaniques plus faible lors les essais des composites élaborés par cette méthode comparé à la première méthode de traitement. Cela est justifié par le détachement facile de ces fibres (ayant ces traces) dans la matrice de polyester lors les essais de traction réduisant ainsi la résistance des contraintes à la traction. Tableau IV.5.



 $\label{eq:Figure IV.12.a, b, c: Micrographies optiques typiques de fibres de sisal selon les méthodes d'extraction, a/ <math display="inline">T_{Alk}, b/ T_{Wt} ~~ET~~c/T_{Gr}.$ 

La figure IV.13 illustre les sections transversales typiques des fibres coupées de sisal dans la résine d'une éprouvette pour le cas de la méthode d'extraction  $T_{Alc}$ . On constate que les mesures montrent pour cette image une valeur moyenne d'ordre  $\approx 250\pm20 \ \mu\text{m}$ . On observe aussi quelques fibres compressés entre eux en donnant des mesures amplifies, comme le cas gauche de cette figure.



Figure IV.13 Coupes transversales typiques de fibres de sisal coupées à partir de la résine d'une éprouvette avec dimensions.

La figure IV.14, a, b montres des micrographies de quelques fibres de jonc obtenues par les deux méthodes d'extraction ( $T_{Alc}$  et  $T_{Wt}$ ) respectivement. Les différents diamètres des fibres observés sont déjà montrés dans les intervalles du tableau **IV.5** précédent.



Figure IV.14a, b: Micrographies de quelques fibres de juncus obtenues par les deux méthodes d'extraction: a/ $T_{Alk}$ ; b/ $T_{Wt}.$ 

Aussi bien, on constate que le diamètre évolue légèrement de part et autre de la même fibre quelque soit sa nature, mais avec un taux très faible. Ceci est dû d'une part de sa croissance naturelle où le bout de fixation d'une feuille ou une tige est toujours plus large par apport à son extrémité libre. D'autre part on trouve la présence des traces de quelques parties de sa peau (les traces d'enveloppe) résiduelle après la méthode d'extraction, observé par le non régularité des frontières de la fibre et quelques déchirures sur sa périphérie. On constate aussi que la méthode d'extraction influe sur la forme transversale d'une fibre, comme par exemple l'effet de frape ou de battement mécanique lors la libération des fibres de leur matrice naturelle. Vu ces conditions nous avons travaillé sur des tronçons relativement courtes qui donnent des différences de diamètres très minimes entre les extrémités.

La figure IV.15,a,b montre des fibres de sisal ayant une partie libre (A) et l'autre partie (B) immergées dans la résine de polyester avec un zoom d'un fibre sur ses parties mesurées A et B. L'analyse dimensionnelle a montré que celles à l'intérieur des composites gonflent et grossissent plus que les fibres non immergés dans la résine. Le taux de gonflage de cette fibre est d'ordre de 20.7% (de 362  $\mu$ m à 437  $\mu$ m). Cette constatation est confirmée aussi par les références [27,82]



Figure IV.15: Fibres de sisal avec une partie libre (A) et l'autre partie (B) immergée dans la résine polyester.

#### IV.6. Observation structurelle des bio-composites élaborés et testés

#### IV.6.1 Observations longitudinales des échantillons après traction

En utilisant la technique d'observation par microscope électronique à balayage (MEB), on obtient les images suivantes, afin de caractériser l'interface entre les fibres et la matrice après traction. Les figuresIV.16 -18 montrent des éprouvettes de bio composites renforcés par les fibres de sisal (vue de face) en rupture, selon les différentes méthodes d'élaboration  $T_{AIK}$ ,  $T_{Gr}$  et  $T_{Wt}$  respectivement.

D'après les images présentées, on observe globalement que la rupture qui s'est produite dans les échantillons était une combinaison de défaillance le long de l'interface fibre-matrice et de rupture de certaines fibres ainsi que fracture de la matrice. Cependant, la rupture de la matrice du composite après traction présente en général une cassure fragile.

La figure IV.16a, b présente une vue globale et son zoom respectivement d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la méthode d'extraction avec un traitement chimique NaOH ( $T_{Alk}$ ) et les fibres assemblées en mono linéaire. On observe qu'il y a certaines fibres de sisal étendues, et d'autres rompues. Il y a aussi la matrice qui a en plus de sa fracture transversale des fissures et de fragments attachés aux fibres, montrant ainsi la cohésion des fibres avec la matrice et la qualité de l'interface fibres-matrice.

La figure IV.16c, d présente une vue globale et le zoom d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la même technique d'extraction mais les fibres sont assemblées en corde. On constate les mêmes remarques que précédemment, mais les fibres sont en plus courbées en flexion et le nombre des fragments de la matrice sont plus nombreux qu'auparavant. Le mécanisme de rupture de la matrice de ce cas est montré aussi par des fissures encore plus nombreuses et longitudinales. Ce qui preuve un fort attachement au niveau d'interface fibres-matrice pour ce cas. Ceci est affirmé aussi par les résultats de traction de ce cas d'assemblage en corde (soit par torsion ou par tressage), montrant une amélioration claire et donnant ainsi le meilleur cas des essais de traction.



Figure IV.16 a, b: Vue globale et ses zooms de la rupture d'un échantillon de sisal obtenue par le T<sub>Alk</sub>, a/ Fibres assemblées en technique mono linéaire, b/ Fibres assemblées en corde.

La figure IV.17 a, b1, b2 montre une vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la technique d'extraction par un traitement humide sous terre ( $T_{Gr}$ ) assemblée en fibres mono linéaires. On constate que les fibres sont certaines rompues d'autres étendues, et d'autres déchirés. La matrice a une fracture transversale quasi droite avec fissure, montrant ainsi une faible contribution des fibres à la résistance de cette matrice conclue par cette fracture droite, faible cohésion des fibres avec la résine.

La figure IV.17c, d, présente une vue globale et son zoom de la rupture d'une éprouvette obtenue par la même technique d'extraction mais les fibres sont assemblées en corde. On trouve les mêmes observations, mais les fibres sont positionnées par des groupes avec courbures. Les images de zoom montrent des fibres fractionnées et des pelures de pectine déchirés sur ces fibres. Ce qui a amené à une faible adhérence avec la matrice au niveau d'interface fibres-matrice, induisant un glissement relativement facile et un allongement important de ces fibres. Ceci a conduit à une faible qualité de l'interface fibres-matrice. Ce qui affirme les résultats de traction de ce type de combinaison, illustrés par leurs courbes de traction qui sont moins importantes que le cas de la première méthode d'extraction par la solution NaOH, ( $T_{Alc}$ ).



Figure IV.17: une vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette T<sub>Gr</sub> a)mono linéaires avec ces zoomb1, b2. C) Assemblées en corde avec zoom(d)

La figure IV.18a, b1, b2 montre une vue globale et deux zooms d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la technique d'extraction par un traitement d'eau  $(T_{wt})$  où les fibres assemblées en corde. On constate que la matrice a une cassure fragile nette au niveau de la rupture transversale. Les fibres sont en majorités rompues (figure IV.16a et 18b2) et d'autres déchirés ou fragmentés en sous filés selon le zoom (figure IV.18 b1).

Ces observations montrent ainsi une très faible contribution des fibres à la résistance de traction de cette matrice. Ceci est justifié par l'effet que les fibres sont saturées par l'eau lors la duré de traitement d'extraction, réduisant ainsi leur propriétés mécaniques pour renforcés la matrice.

On conclut selon l'ensemble de ces résultats d'observation par MEB, que les meilleurs fibres qui ont contribuées à l'obtention des meilleurs propriétés mécaniques des composites

sont ceux issues de la technique d'extraction par la solution NaOH et assemblés en corde. Ceci est aussi prouvé par les courbes des essais de traction.



Figure IV.18a, b: Une vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette T<sub>wt</sub> mono linéaires Assemblées en corde

Les figures IV.19 - 21 montrent des éprouvettes stratifies renforcées par les fibres de jonc en rupture, selon les méthodes d'extraction et les assemblages suivants :  $T_{Wt}$ /Assemblinéaire,  $T_{Akl}$ /Assemb-linéaire et  $T_{Alk}$ /Assemb-corde, respectivement. On observe toujours après traction, que la rupture de la matrice de polyester dans le composite présente une cassure transversale fragile.

La figure IV.19 a, b montre une vue globale et un zoom respectivement d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la technique d'extraction avec un traitement d'eau  $(T_{Wt})$  et les fibres assemblées en mono linéaire. On observe que les fibres ont subit un glissement et des fissurations et des ruptures longitudinales et transversales, montrant ainsi une faible cohésion des fibres avec la matrice. Ce qui a résulté une très faible qualité de l'interface fibres-matrice et aussi prouvé par les essais de traction donnant le plus faible cas pour cette plante jonc. On peut conclure que la méthode d'extraction par un traitement d'eau  $(T_{Wt})$  ne donne pas le meilleur cas de jonction fibres-matrice dans le composite. Cette constatation est la même pour le cas précédent de la plante sisal.



Figure IV.19a, b: Une vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette T<sub>wf</sub> Assemblées en mono linéaires

La figures IV.20 a, b montre une vue globale et un zoom respectivement d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la méthode d'extraction par un traitement Alcalin ( $T_{Alk}$ ) et les fibres assemblées en mono linéaire. On observe que les fibres ont subit un petit glissement et des fissurations transversales, exhibant ainsi une bonne adhérence de la matrice autour des fibres. Cela est obtenu à cause de la rugosité de la surface de fibres obtenues par cette méthode d'extraction ( $T_{Alk}$ ).



Figure IV.20a, b: Une vue globale avec un zoom respectivement d'une rupture de l'éprouvette T<sub>Alk</sub> Assemblées en mono linéaires

La figures IV.21 a, b, c montre une vue globale (21a) avec deux zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette obtenue par la méthode d'extraction par un traitement Alcalin ( $T_{Alk}$ ) et les fibres assemblées en corde de torsion. On observe que les fibres ont subit aussi un léger glissement et quelques fissurations transversales. Cela montre une très bonne adhérence de la matrice avec les fibres, d'une part. D'autre part, la force résultante induite par l'assemblage en corde par torsion, règne sur les plans transversal et longitudinal, renforçant ainsi la contribution de ces fibres à la résistance en traction dans ce type de composite. Cela est prouvé aussi par les courbes de traction.

On conclut que cette méthode d'extraction  $(T_{Alk})$  et le mode d'assemblage en torsion donnent la meilleure combinaison pour le renforcement de ces composites.



Figure IV.21a, b: Une vue globale et ces zooms respectivement d'une rupture de l'éprouvette  $T_{Alk}$  mono linéaires Assemblées en de torsion

# IV.6.2. Observations Transversales des échantillons

Les figures IV.22 et 24 montrent les faciès de rupture en transversal (vue de face) des éprouvettes bio composites renforcés par les fibres de sisal puis les fibres de jonc respectivement. La portion d'éprouvette choisie à l'observation correspond au meilleur cas de traction et en rupture complète.

La figures IV.22 a, b, c montre <u>la morphologie de surface de cisaillement de la matrice</u> <u>avec</u> les fibres de sisal, en vue globale puis deux vues en zoom respectivement. On observe que la surface de la <u>matrice</u> est quasi-lisse ce qui montre une rupture fragile de polyester. On observe aussi qu'il y a des groupements de fibres sous glissement indiquant un assemblage en corde. Les images de zoom 22b et 22c montrent des fibres en déchirure éclaté et d'autres en rupture surfacique.



Figure IV.22.a, b, c Morphologie de surface de cisaillement de la matrice avec les fibres de sisal assemblage en corde, en vue globale puis deux vues en zoom respectivement

La figures IV.23 a, b, c montre <u>la morphologie de la surface de cisaillement d</u>es fibres de sisal, en vue globale puis deux vues en zoom respectivement. On observe que la surface transversale après rupture de ces fibres est ayant une structure condensé des capillaires avec une section quasi aplatie.



Figure IV.23a, b, c Morphologie de la surface de cisaillement des fibres de jonc assemblage en corde, en vue globale puis deux vues en zoom respectivement

La figures IV.24 a, b, c, illustre la morphologie de surface de cisaillement de la matrice avec les fibres de jonc, en vue globale puis deux vues en zoom respectivement.

En Constate que la Figure. 24a montre des fibres sous rupture à différente longueur et des files de microfibres ainsi que quelques lacunes sur la surface de la matrice de l'emplacement d'autres fibres, qui appartiennent à la deuxième portion de l'éprouvette. Les images de zoom 24b et 24c montrent que la section de fibre de jonc présente des capillaires

moins condensés et leurs petites sections sont plus larges dans la fibre, que celles observés chez la fibre sisal (23c) à même agrandissement.



Figure IV.24 a, b, c Morphologie de la surface de cisaillement de la matrice et des fibres de jonc, b/ zoom de la fibre coupée

#### Chapitre : Modélisation des matériaux composites application et résultats

#### V. Introduction

Dans ce chapitre, on s'intéresse à la caractérisation et à la détermination des caractéristique mécaniques des bio-composites unidirectionnels élaborés en polyester renforces de sisal avec et des fibres de jonc. La fraction massique est facile à mesurer lors de l'élaboration d'un composite, la fraction volumique quant à elle, est plutôt utilisée dans les modèles théoriques qui décrivent le comportement mécanique de ces matériaux. Dans cette étude, nous allons conduire une analyse des propriétés mécaniques des bio-composites.

La variation des propriétés du composite avec la teneur en fibres peut être prédite en utilisant la règle des mélanges, qui implique l'extrapolation des propriétés de la matrice et des fibres en une fraction volumique de fibres de 0 à 1. Pour toutes les valeurs de déformation, la contrainte dans le composite est donnée par une simple règle de mélange pondérée par la fraction volumique de chaque constituant, via, La dégradation de la fibre végétale est une question importante dans le développement de matériaux composites à la fois dans la fabrication et l'utilisation des composites [92].

Srinivasa et Bharath [93].ont également montré que la fraction de fibre influence aussi la dureté, les propriétés de traction et la résistance au choc des composites tandis que la résistance à la flexion et la résistance au cisaillement inter-laminaire sont fortement influencées par l'espace vide présent dans le composite [94] et voit leur valeur diminuer suite à une teneur élevée en fibres. Ceci est le résultat d'une faible adhérence fibre/matrice et une augmentation de la porosité [95]. La présence d'un pourcentage élevé en fibres cause une augmentation de la viscosité de la résine, créant ainsi des bulles d'air ou des pores piégés au cours du mélange de fibres dans la matrice polymère,

La performance des composites renforcés de fibres végétales repose sur certains paramètres : la structure, les défauts, les dimensions des cellules, les propriétés physiques, les propriétés chimiques, l'angle micro fibrillaire, l'orientation des fibres, la résistance des fibres, la fraction des fibres (volume/poids) ainsi que l'interaction fibre/matrice [96, 98].Il est indispensable pour un concepteur de prévoir et de connaître avec précision les caractéristiques géométriques et mécaniques d'un mélange composé d'un renfort et d'une résine polyester qui constitue la architecture de base des composites [99] (Figure V.1). Puisque le renfort est responsable de la tenue mécanique du composite, son ajout augmente et influence les propriétés et les caractéristiques mécaniques de la composite.

Fibre  $(E_f)$  + Matrice  $(E_m)$  = Composite $(E_c)$ 



Figure V. 1 : Constituants d'un composite.

# V.1. Loi des mélanges

Le volume  $(v_c)$  d'un matériau composite est composé d'un volume  $(v_f)$  de fibres et d'un volume  $(v_m)$  de résine (matrice). La fraction volumique de fibres est calculée à partir d'équation suivant :

$$V_f = \frac{v_f}{v_c} \tag{V.1}$$

La fraction volumique de la résine (matrice) est détermine par:

$$V_{\rm m} = \frac{v_{\rm m}}{v_{\rm c}} \tag{V.2}$$

 $NB: v_f:$  volume des fibres,  $v_m:$  volume de la matrice et  $v_c:$  volume du composite

$$V_c = V_f + V_m \tag{V.3}$$

Ainsi que : 
$$V_f + V_m = 1$$

De la même méthode on exprimer la fraction massique en fonction des masses (g) (Wc,  $w_f$  et  $w_m$ ) du composite, des fibres et de la matrice. La fraction massique de fibres est définie

comme suit:

Alors :

$$W_f = \frac{w_f}{w_c} \tag{V.4}$$

La fraction volumique de résine (matrice) est:

$$W_{\rm m} = \frac{w_{\rm m}}{w_{\rm c}} \tag{V.5}$$

D'où :  $w_f$  : masse des fibres,  $w_m$  : masse de la matrice et  $w_c$  : masse du composite Sachant que:

$$W_c = W_{m+}W_f \tag{V.6}$$

$$W_f + W_m = 1 \tag{V.7}$$

# V.1.2. Calcul des caractéristiques mécaniques d'un pli unidirectionnel Module D'élasticité longitudinale

Le module d'Young longitudinal ( $E_L$ ) est calculée à partir d'un essai de traction .Sous l'action d'une force de traction dans la direction longitudinale (L), le composite s'allonge d'une quantité ( $\Delta_L$ ). La déformation dans ce cas est définie par l'équation Figure.V.2.

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_L = \frac{\Delta L}{L} \tag{V.8}$$

Cette déformation est identique dans la fibre et dans la matrice:

$$\varepsilon_f = \varepsilon_c = \varepsilon_m = \varepsilon_L$$
 (V.9)

Si les matériaux de la fibre et de la matrice sont supposés isotropes, la loi de Hooke est.

$$\sigma_f = E_f \varepsilon_f = E_f \varepsilon_L \tag{V.10}$$

Et:

La force F dans les fibres et dans la matrice peut être exprimée par :

$$F_f = \sigma_f S_f = \sigma_f \varepsilon_L S_f \tag{V.12}$$

(V.11)

Et: 
$$F_m = \sigma_m S_m = \sigma_m \varepsilon_L S_m$$
 (V.13)

 $\sigma_m = E_m \varepsilon_m = E_m \varepsilon_L$ 

 $S_f$  et  $S_m$  représentent respectivement les sections transversales des fibres et de la matrice (Figure V.2). La force totale appliquée dans le sens longitudinal est :

$$F_1 = F_L = F_m + F_f = \sigma_m S_m = \sigma_f S_f \tag{V.14}$$

(S) est la section transversale du composite, devient :

$$\sigma_1 = \sigma_L = \frac{F_1}{S} \tag{V.15}$$

Si on substitue l'équation (V.14) dans (4.15) on obtient :

$$\sigma_L = \frac{F_1}{S} = \frac{\sigma_f S_f + \sigma_m S_m}{S} = \sigma_f \frac{S_f}{S} + \sigma_m \frac{S_m}{S}$$
(V.16)

Si on considère la section transversale du composite (Figure V.2), nous avons :

$$V_f = \frac{v_f}{v_c} = \frac{S_f d_x}{S_c d_x} = \frac{S_f}{S_c} \tag{V.17}$$

$$V_m = \frac{v_m}{v_c} = \frac{S_m d_x}{S_c d_x} = \frac{S_m}{S_c}$$
(V.18)

L'équation (V.17) devient :

$$\sigma_L = \sigma_1 = \sigma_f V_f = \sigma_m V_m \tag{V.19}$$

On 'a encore :

Ainsi que ;

$$\sigma_{\rm L} = \sigma_1 = \sigma_{\rm f} V_{\rm f} = \sigma_{\rm m} (1 - V_{\rm f}) \tag{V.20}$$

Cette contrainte moyenne est liée à la déformation de la cellule élémentaire représentative par

$$\sigma_{\rm L} = \sigma_{\rm 1} = \sigma_{\rm f} V_{\rm f} = \sigma_{\rm m} V_{\rm m} \tag{V.21}$$

Le module d'élasticité longitudinal dans le sens longitudinal :

$$\sigma_{\rm L} = \sigma_1 = E_{\rm L} V \varepsilon_{\rm f} \tag{V.22}$$

La combinaison des équations (V.20) et (V.21) conduit à l'expression du module de Young longitudinal :

$$\mathbf{E}_{\mathbf{L}} = \frac{\sigma_{\mathbf{L}}}{\varepsilon_{\mathbf{L}}} = \frac{\sigma_{\mathbf{f}} \mathbf{v}_{\mathbf{f}} + \sigma_{\mathbf{m}} (1 - \mathbf{v}_{\mathbf{f}})}{\varepsilon_{\mathbf{L}}} \tag{V.23}$$

$$\varepsilon_L = \varepsilon_f = \varepsilon_m$$
 (V.24)

Sachant que :

Alors: 
$$E_{L} = \frac{\sigma_{f} V_{f} + \sigma_{m} (1 - V_{f})}{\varepsilon_{L}} = \frac{\sigma_{f}}{\varepsilon_{f}} V_{f} + \frac{\sigma_{m}}{\varepsilon_{m}} (1 - V_{f}) = E_{f} V_{f} + E_{m} (1 - V_{f})$$
(V.25)

#### **Finalement :**

$$E_{L} = E_{f}V_{f} + E_{m}(1 - V_{f})$$
(V.26)

Cette expression est connue sous le nom de loi de mélanges qui permet de calculer le module de Young dans la direction des fibres



Figure.V.2 Section transversale du composite

#### V.1.3. Module d'élasticité transversal

Le module d'élasticité transversal calculé par un essai de traction dans lequel le matériau composite est sollicité en traction par rapport à une direction perpendiculaire aux fibres (Figure.V.3). On considère une cellule élémentaire représentative constituée de fibre de hauteur (h<sub>f</sub>) entourée de résine (matrice) de hauteur (h<sub>m</sub>) sollicitée en traction ( $\sigma_2$  ou  $\sigma_T$ ) par rapport à la direction transverse (2 ouT).



Figure.V.3 Cellule élémentaire sollicitée transversalement

Les fractions volumiques des fibres et de la matrice en peuvent être calculé en fonction des hauteurs des couches du composite (fibre /matrice).

$$V_f = \frac{V_f}{V_c} = \frac{V_{f^{*\theta}}}{S_c^{*\theta}} = \frac{h_{f^{*L^{*\theta}}}}{(h_f + h_m)^{*L^{*\theta}}} = \frac{h_f}{(h_f + h_m)}$$
(V.27)

L : longueur de la cellule élémentaire représentative et e : épaisseur de la cellule élémentaire représentative

$$V_m = 1 - V_f = \frac{h_m}{(h_f + h_m)}$$
 (V.28)

La force F2 imposée selon la direction transverse est complètement transmise dans la fibre et dans la matrice conduisant à des contraintes égales.

$$\sigma_m = \sigma_2 = \sigma_f \tag{V.29}$$

Les déformations résultantes dans composite (fibre/matrice) dans la direction transverse sont.

$$\varepsilon_f = \frac{\sigma_2}{E_f} \tag{V.30}$$

$$\varepsilon_m = \frac{\sigma_2}{E_m} \tag{V.31}$$

L'allongement transverse dans la cellule élémentaire, résultant des allongements dans la fibre et dans la matrice est donnée comme suite:

$$\Delta L_2 = \varepsilon_f h_f + \varepsilon_m h_m \tag{V.32}$$

Ainsi que la déformation transverse est :

$$\varepsilon_2 = \frac{\Delta L_2}{h_f + h_m} = \varepsilon_2 \frac{h_f}{(h_f + h_m)} + \varepsilon_m \frac{h_m}{(h_f + h_m)} \tag{V.33}$$

Si on substitue (V.27) et (V.28) dans (V.33) on obtient :

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_f V_f + \varepsilon_m h V_m = \varepsilon_f V_f + \varepsilon_m (1 + V_f)$$
(V.34)

La combinaison des équations (V.30), (V.31) et (V.34) conduit à :

$$\varepsilon_2 = \frac{\sigma_2}{E_T} = \varepsilon_f V_f + \varepsilon_m \left(1 - V_f\right) = \frac{\sigma_2}{E_f} V_f + \frac{\sigma_2}{E_m} \left(1 - V_f\right) \tag{V.35}$$

L'équation  $(E_T)$  représente le module d'Young transversal devient.

$$\frac{1}{E_T} = \frac{V_f}{E_f} + \frac{1 - \sigma_f}{E_m} \tag{V.36}$$

NB-Cette expression <u>(V.36)</u> représente de <u>loi de mélanges</u> inverse et permet de calculer le module de Young transversal dans la direction perpendiculaire à celle des fibres.

#### V.1.4. Module de cisaillement longitudinal

Le module de cisaillement  $G_{LT}$  est calculer à partir de l'essai de cisaillement la (Figure V.4) Si on considère une cellule élémentaire d'un composite unidirectionnel, constituée de fibre / matrice. Les contraintes de cisaillement dans la fibre / matrice sont égales (iso contraintes) car la contrainte  $\tau$  est supposée imposée sur la cellule entière composée de fibre / matrice.



Figure.V.4 Cellule élémentaire sollicitée en cisaillement

Les déformations de cisaillement dans la fibre et dans la matrice (Figure V.5) et s'expriment par les équations suivantes :

$$\gamma_f = \frac{\tau}{G_f} \tag{V.37}$$

$$\gamma_m = \frac{\tau}{c_m} \tag{V.38}$$

Les déformations sociétés à la fibre et dans la matrice sont :

$$\delta_f = h_f * \gamma_f \tag{V.39}$$

$$\delta_m = h_m * \gamma_m \tag{V.40}$$

 $\gamma_f$ : Déformation de cisaillement dans la fibre.

 $\gamma_m$ : Déformation de cisaillement dans la matrice.

La déformation totale dans la cellule (la cellule élémentaire représentative) est :

$$\delta = \delta_f + \delta_m \tag{V.41}$$

$$\delta = h_f \gamma_f + h_m \gamma_m \tag{V.42}$$

L'ange de cisaillement global dans la cellule est :

$$\gamma = \frac{\delta}{h_f + h_m} \tag{V.43}$$

Si on remplace (V.42) dans (V.43) on a :

$$\gamma = \frac{h_f \gamma_f + h_m \gamma_m}{h_f + h_m} = \gamma_f \frac{h_f}{(h_f + h_m)} + \gamma_m \frac{h_m}{(h_f + h_m)} \tag{V.44}$$

Ainsi que:

$$V_f = \frac{h_f}{h_f + h_m} \tag{V.45}$$

$$V_m = 1 - V_f = \frac{h_m}{h_f + h_m}$$
 (V.46)

Finalement;

$$\gamma = \gamma_{\rm f} V_{\rm f} + \gamma_{\rm m} (1 - V_{\rm f}) \tag{V.47}$$

Cet angle est sollicite à la contrainte de cisaillement par le module de cisaillement  $G_{LT}$  par l'équation :

$$\gamma = \frac{\tau}{G_{LT}} \tag{V.48}$$

En combinant les équations (V.37), (V.38), (V.45) et (V.46), on équation suivante :

$$\gamma = \gamma_f V_f + \gamma_m \left( 1 - V_f \right) = \frac{\tau}{G_{LT}} = \frac{\tau}{G_f} V_f + \frac{\tau}{G_m} \left( 1 - V_f \right) \tag{V.49}$$

$$\frac{1}{G_{LT}} + \frac{V_f}{G_f} + \frac{(1 - V_f)}{G_m} \tag{V.50}$$

## V.2. Coefficient de Poisson longitudinal

Le coefficient de Poisson caractérise l'aptitude d'un matériau à se comprimer (Figure V.5). Il le rapport entre l'allongement relatif transversal  $\varepsilon_T$  et l'allongement longitudinal $\varepsilon_L$ 



Figure.V.5 Cellule élémentaire représentative sollicitée dans la direction des fibres

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_T = \frac{\Delta l_T}{l_T}$$
 (V.52)

L'allongement du composite dans le sens longitudinal est:

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_f = \varepsilon_m = \varepsilon_L$$
 (V.53)

Les déformations dans la matrice et dans les fibres sont données par les équations

$$\varepsilon_{2,m} = v_m * \varepsilon_1 \tag{V.54}$$

$$\varepsilon_{2,f} = v_f * \varepsilon_1 \tag{V.55}$$

Avec :

$$\Delta h = \Delta h_{f+} \Delta h_m \tag{V.56}$$

La déformation relative est définie par le rapport de l'allongement à la longueur initiale:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \tag{V.57}$$

$$\varepsilon_{2,f} = \frac{\Delta h_f}{h_f} \tag{V.58}$$

Avec;

$$\varepsilon_{2,m} = \frac{\Delta h_m}{h_m} \tag{V.59}$$

Ainsi l'équation (4.54) devient :

$$\Delta h = -\varepsilon_{2,f} * h_f + \varepsilon_{2,m} * h_m \tag{V.60}$$

On substitue (4.52) et (4.53) dans (4.58), on a :

$$\Delta h = v_f * \varepsilon_1 * h_f + v_m * \varepsilon_1 * h_m \tag{V.61}$$

La déformation totale de la cellule élémentaire représentative dans le sens transversal est donnée par l'équation :

$$\varepsilon_2 = \frac{\Delta h}{(h_f + h_m)} \tag{V.62}$$

$$\varepsilon_2 = v_f \frac{-v_f * \varepsilon_1 * h_f - v_m * \varepsilon_1 * h_m}{(h_f + h_m)} = \left(-v_f \frac{h_f}{(h_f + h_m)} - v_m \frac{h_m}{(h_f + h_m)}\right) \varepsilon_1 \tag{V.63}$$

Et

$$V_f = \frac{h_f}{\left(h_f + h_m\right)} \tag{V.64}$$

Et:

$$V_m = \left(1 - V_f\right) = \frac{h_m}{\left(h_f + h_m\right)} \tag{V.65}$$

$$\varepsilon_2 = \left(-v_f V_f - v_m \left(1 - V_f\right)\right) \varepsilon_1 \tag{V.66}$$

La combinaison les équations (V.49) et (V.64), on aboutit à équation du coefficient de Poisson transversal  $v_{LT}$ :

$$v_{LT} = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1} = \frac{\varepsilon_T}{\varepsilon_L} = \left( -v_f V_f - v_m \left( 1 - V_f \right) \right) \tag{V.67}$$

$$\boldsymbol{v}_{LT} = \left(-\boldsymbol{v}_f \boldsymbol{V}_f - \boldsymbol{v}_m \left(\mathbf{1} - \boldsymbol{V}_f\right)\right) \tag{V.68}$$

# V.3. Relation entre fractions volumiques et fractions massiques

La masse volumique d'un matériau est la masse de ce matériau (p) et est calculer par la équation :

$$\rho = \frac{w}{v} \tag{V.69}$$

A partir de L équation (V.67), les masses des fibres, et de la matrice et du composite sont:

$$W_f = \rho_f * V_f \tag{V.70}$$

$$W_m = \rho_m * V_m \tag{V.71}$$

$$W_c = \rho_c * V_c \tag{V.72}$$

La masse totale du composite est donnée a partir de à l'équation (V.7):

$$\rho_c * V_c = \rho_m * V_m + \rho_f * V_f \tag{V.73}$$

On divise (V.73) équation par le volume du composite, on obtient relation de la masse volumique du composite en fonction des fractions volumiques.

$$\rho_{c} = \rho_{m} * \frac{v_{m}}{v_{c}} + \rho_{f} \frac{v_{f}}{v_{c}} = \rho_{m} * V_{m} + \rho_{f} * V_{f}$$
(V.74)

Avec:

$$\rho_c = \rho_m * \left(1 - V_f\right) + \rho_f * V_f \tag{V.75}$$

La combinaison les équations (V.3), (V.68), (V.69) et (V.70), on obtient :

$$\frac{W_c}{\rho_c} = \frac{W_m}{\rho_m} = \frac{W_f}{\rho_f} \tag{V.76}$$

On divise (V.76) équation par la masse du composite, on obtient :

$$\frac{1}{W_c} \left(\frac{W_c}{\rho_c}\right) = \frac{1}{W_c} \left(\frac{W_m}{\rho_m} + \frac{W_f}{\rho_f}\right) = \frac{W_m}{W_c} \left(\frac{1}{\rho_m}\right) + \frac{W_f}{W_c} \left(\frac{1}{\rho_f}\right) = W_m \left(\frac{1}{\rho_m}\right) + W_f \left(\frac{1}{\rho_f}\right) \tag{V.77}$$

La masse volumique du composite en fonction des fractions massiques est défini par la équation suivante :

$$\left(\frac{1}{\rho_c}\right) = \left(\frac{w_m}{\rho_m} + \frac{w_f}{\rho_f}\right) \tag{V.78}$$

Les fractions massiques et les fractions volumiques en partant des définitions suivantes :

$$\mathbf{W}_{\mathbf{f}} = \left(\frac{\mathbf{W}_{\mathbf{f}}}{\mathbf{W}_{\mathbf{c}}}\right) = \frac{\mathbf{\rho}_{\mathbf{f}}}{\mathbf{\rho}_{\mathbf{c}}} \mathbf{V}_{\mathbf{f}} \tag{V.79}$$

La masse des fibres est donnée par l'équation :

$$\mathbf{W}_{\mathbf{m}} = \frac{\mathbf{\rho}_{\mathbf{m}}}{\mathbf{\rho}_{\mathbf{c}}} \mathbf{V}_{\mathbf{m}} \tag{V.80}$$

# V.4. Méthodes analytiques pour la détermination des modules d'élasticité du Composite

La comparaison entre les valeurs des modules déterminées expérimentalement sur des unidirectionnels et évaluées par la loi des mélanges a montré que seules les formules (V.26) et (V.66) donnent des valeurs proches de celles obtenues expérimentalement. De plus, cette méthode ne permet pas d'évaluer le module de cisaillement $G_{TT}$ . Une approche plus précise consiste à développer des modèles qui prennent en considération la géométrie des fibres et leur arrangement à l'intérieur de la matrice. En considérant un arrangement cylindrique (cellule élémentaire constituée d'une fibre entourée d'un cylindre de résine, la résolution du problème d'élasticité correspondant permet d'aboutir à des solutions analytiques exactes représentant le comportement du composite constitué d'une répartition uniforme de cette cellule. Les modules indépendants obtenus par cette approche sont :

### 1) Module de cisaillement G<sub>LT</sub>

$$G_{LT} = G_m \frac{G_f(1+V_f) + G_m(1-V_m)}{G_f(1-V_f) + G_m(1+V_m)}$$
(V.81)

2) Module de compressibilité (matrice)

$$K_m = \frac{E_m}{3(1-2v_m)} \tag{V.82}$$

3) Module de compressibilité (fibre)

$$K_f = \frac{E_f}{3(1-2v_f)} \tag{V.83}$$

4) Module de compression latéral (matrice)

$$\boldsymbol{K_m} = \boldsymbol{K_m} + \frac{\boldsymbol{c_m}}{3} \tag{V.84}$$

5) Module de compression latéral (fibre)

$$K_f = K_f + \frac{c_f}{3} \tag{V.85}$$

6) Module de compression latéral K<sub>L</sub>
$$K_{L'} = K_m + \left[ \frac{v_f}{\frac{K_{f-K_m} + \frac{(G_{f-G_m})}{3} + \frac{(1-V_f)}{(K_m - \frac{4G_m}{3})}} \right]$$
(4.86)

### 7) Module de cisaillement transversal GTT'

$$G_{TT'} = G_m \left[ 1 + \frac{V_f}{\frac{G_m}{G_f - G_m} + \frac{m + \frac{7G_m}{3}}{2K_m + \frac{8U_m}{3}(1 - V_f)}} \right]$$
(V.87)

#### 8) Module d'élasticité transversal

$$\boldsymbol{E}_{T} = \frac{2}{\frac{1}{2K_{L}} + \frac{1}{2C_{TT}} + 2\frac{v^{2}L_{T}}{E_{L}}} \tag{V.88}$$

# V.5. Analyse du comportement micromécanique des bios composites polyesters/ fibres De sisal

L'équation de la loi des mélanges [104] modifiée dépend d'un coefficient de longueur des fibres  $\eta 1$ , D'un coefficient d'orientation des fibres  $\eta 0$  et du taux de porosités La prise en compte de la porosité dans la loi des mélanges influence sur les deux modules Ef1 et Ef2. L'augmentation des valeurs de module

Nous allons conduire une analyse du comportement des bio-composites Polyester /fibres de sisal Volume de composite ( $v_c=8.75$ cm<sup>3</sup>). Les caractéristiques mécaniques des constituants de base de ces matériaux sont présentées dans le Tableau V.1

250 Fibres Assembles unidirectionnelle	Module de Young E 0.1-0.3(GPa)	Densité (Kg/cm <sup>3</sup> )	coefficient de poison
Résine Polyester	1.68	1.13	0,37
sisal traité NaOH f-S_T <sub>Alk</sub>	16.17	1.45	0,32

Tableau	V.1.caractéristiques	mécaniques	des	constituants	de	base	de	sisal	et re	ésine
		polyeste	r							

La loi des mélanges classiques utilisée suppose que le taux de porosités dans les éprouvettes est nul, ainsi que les fibres sont alignées au sein des éprouvettes. Plusieurs travaux dans la littérature ont montre l'influence du taux de porosités dans les fibres naturelles imprégnées sur les propriétés mécaniques [20]

Eprouvettes avec une dimension de 175 mm de longueur, 25 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur pour chaque éprouvette. La masse de fil, incorporée dans chaque éprouvette, est calculée en ciblant une fraction volumique de fibres

La fraction volumique des fibres

$$V_f = \frac{M_f}{\rho_f \times V_c} = \frac{4.70}{1.45 \times 8.75} = 0.3704 = 37.04\%$$

La fraction volumique de résine (matrice)

$$V_m = \frac{M_m}{\rho_{fm} \times V_c} = \frac{6}{1.13 \times 8.75} = 0.6068 = 60.68\%$$

On a La fraction volumique de porosité (vide)

$$V_p = 1 - V_f - V_m$$
  $V_p = 1 - 0.3704 - 0.6068 = 0.0384 = 3.84\%$ 

a) Calcule le module du composite (E<sub>c</sub> )

$$E_c = \left[E_f \times V_f + V_m (1 - V_f)\right] \left(1 - V_p\right)^n$$

- $V_p$ : La fraction volumique de porosité
- n : Ordre

Le facteur de porosités n quantifie l'effet de la porosité donnant des concentrations dans les Composites

$$E_c = \left[E_f \times V_f + V_m (1 - V_f)\right] (1 - V_p)^n = \left[16.17 \times 0.3704 + 1.68(1 - 0.3704](1 - 0.0384)^n\right]$$

# $E_{c} = 6.7763 \, GPa$

Ont constate que le facteur de porosité n = 1 donne des résultats proches des résultats expérimentaux (éprouvettes élabores) pour les composites renforces des fibres Sisal. La loi des mélanges modifiée dépend aussi d'un coefficient de longueur des fibres, d'un coefficient d'orientation des fibres et du taux de porosités.

La prise en compte de ces coefficients.

$$E_c = \left[\eta_0 \eta_1 E_f \times V_f + V_m (1 - V_f)\right] (1 - V_p)^n$$

Généralement les valeurs ces coefficient (coefficient de longueur des fibres, d'un coefficient d'orientation des fibres) est [0-1].

Cette valeur sera choisie pour compare aux éprouvette élabores qui a un module de young E=6.70GPa. Si on prend comme considération ces valeurs  $\eta_0 \eta_1 = 0.99$ 

Le module de young devient Ec=6.7187 GPa cette valeur égale a valeur de module de Young de éprouvette élabores qui a valeur Élaboré=**6.70GPa**.

Le module de cisaillement G est calculé d'après équation suivante :

$$G = \frac{E}{2(1+2\nu)} \tag{V.91}$$

Cas: les fibres de sisal :  $G_f = \frac{E}{2(1+2\nu)} = \frac{16.17}{2(1+2\times0.32)} = 6.0120 \ GPa$ 

Pour résine polyester (matrice) :  $G_m = \frac{E}{2(1+2\nu)} = \frac{1.68}{2(1+2\times0.37)} = 0.4827 \ GPa$ 

Le coefficient de Poisson longitudinal  $v_{LT}$  est déterminé d'après la relation (V.68) :  $v_{LT} = \left(-v_f V_f - v_m (1 - V_f)\right) = \left(0.32 \times 0.3704 + 0.37 \times (1 - 0.3704)\right) = 0.3514$  $v_{LT} = 0.3514$  b) Calcule module de compressibilité (fibre) et résine (matrice)

$$k_f = \frac{E_f}{3(1 - 2v_f)} = \frac{16.17}{1.08} = 14.97 \ GPa$$
$$k_m = \frac{E_m}{3(1 - 2v_m)} = \frac{1.68}{0.78} = 1.2820 \ GPa$$

Calcule module de compression latéral (fibre) résine (matrice)

 $K_{f} = k_{f} + \frac{G_{f}}{3} = 14.97 + \frac{6.0120}{3} = 16.974 \ GPa$  $K_{m} = k_{m} + \frac{G_{m}}{3} = 1.2820 + \frac{0.4827}{3} = 1.4429 \ GPa$ Calcule module de cisaillement transversal GTT

$$G_{\text{TT}'} = G_m \left[ 1 + \frac{V_f}{\frac{G_m}{G_{f-G_m}} + \frac{K_{m+\frac{7G_m}{3}}}{2K_m + \frac{8G_m}{3}}(1 - V_f)} \right] = 0.8593 \text{ GPa}$$

Calcul module de compression latéral K<sub>L</sub>

$$K_{L'} = K_m + \left[\frac{V_f}{K_{f-}K_m + \frac{(G_{f-}G_m}{3})} + \frac{(1-V_f)}{(K_{m+} - \frac{4G_m}{3})}\right] = 1.4632 \ GPa$$

c) Calcule module d'élasticité transversale

$$E_T = \frac{2}{\frac{1}{2K_L} + \frac{1}{2G_{TT'}} + 2\frac{v^2_{LT}}{E_L}} = 2.0828 \ GPa$$

En fin en détermine Module de cisaillement  $G_{LT}$ 

$$G_{LT} = G_m \frac{G_f(1+V_f) + G_m(1-V_m)}{G_f(1-V_f) + G_m(1+V_m)} = 0.9273 \ GPa$$

#### Tableau V.2 Propriétés mécaniques des composite bio-sources, obtenues par L'approche analytique

Bio-composites	E <sub>L</sub> (E1) GPa	E <sub>T</sub> (E2) GPa	$G_{LT}=G_{LT'}(G_{12})$ = $G_{13}$ ) GPa	G <sub>TT</sub> <sup>,</sup> (GPa)	$v_{LT}$	K <sub>L</sub> (GPa)
Sisal/polyester	6.71	2.0828	0.9273	0.8593	0.3514	1.4632

*Volume de composite (cm3)*  $v_c$ =8.75

La variation des différents modules d'élasticité, longitudinal EL, transversal ET, de cisaillement  $G_{LT}$  et  $G_{TT'}$ , de Poisson  $v_{LT}$  et compressibilité  $K_L$ , des bio composites issues de la combinaison de fibre sisal avec une fraction volumique (0.3704) et de Volume de composite (cm3)  $v_c=8.75$ cm<sup>3</sup>



Figure.V.6 variation valeurs des modules Ef, Em, E de composite élabores et E de composite calcule

Figure.V.7 montre la variation significative des valeurs des modules  $E_f$ ,  $E_m$ , E de composite élabores et E de composite calculer par la méthode lois des mélanges. Illustre effet de fibres dans la matrice. L'augmentation de la teneur en fibres dans la matrice polyester améliore les propriétés mécaniques. Le module d'Young augmente, On constate que le modèle numérique donne une meilleure approximation de module d'Young. La plupart des lois d'homogénéisation classiques sont valables pour des taux de porosité faibles (inférieurs 2 %)

(30). Pour des taux de porosités plus élevés, des problèmes dus à l'interaction entre les inclusions commencent à apparaître. Pour améliorer la prévision des propriétés mécaniques, un processus itératif doit être



Figure.V.7 Variation des modules  $E_1 E_2 G_{LT} G_{TT}$  et  $K_L$  en fonction de la combinaison Des fibres sisal et matrices

#### IV.6. Conclusion

La démarche, présentée dans ce chapitre, propose un outil d'homogénéisation pour l'évaluation des comportements mécanique de composite sisal/polyester. La loi de mélange ont été adoptés pour leurs efficacités. Une comparaison avec les mesures expérimentales montre que le résultat fournit des prédictions proches de l'expérience. Aussi, les résultats obtenus montrent que les propriétés mécaniques de composite sisal/polyester dépendent notablement de la géométrie de fibre, de taux volumique et le taux de porosités inclus dans les composite. En fin, pour améliorer davantage la prédiction de propriétés mécaniques de composite sisal/polyester, les équations d'homogénéisation classique seront couplées à un processus itératif dans une étude ultérieure.

## **Conclusion et perspectives**

Ce travail vise à développer et à élaborer des stratifies avec des fibres de sisal et jonc (juncus) pour fabriquer des bio composites, puis analyser l'effet d'élaboration de ces matériaux sur leurs propriétés mécaniques et recommander le meilleur cas. Les fibres des bio composites sont obtenues par trois méthodes d'extraction et assemblés selon trois types d'assemblage dont deux techniques sont nouvelles pour former des cordes dans la matrice de ces composites. La matrice élaborée est en polyester insaturé.

La première méthode d'extraction est basée sur l'effet de l'eau seul pendant une longue période ( $T_{Wt}$ ), tandis que la seconde méthode est basée sur un traitement chimique alcalin par la solution NaOH d'une concentration de 7% ( $T_{Alk}$ ). La dernière méthode consiste à exploiter l'effet de l'humidité sous terre ( $T_{Gr}$ ). Les fibres choisies sont assemblées en trois types, tel que le premier en fibres mono linéaires sans chevauchements, puis des groupes de fibres en corde par torsion et en corde par tressage.

Les essais de traction reflètent un comportement bilinéaire fragile dans la majorité des bio composites élaborés. Le classement selon les caractéristiques mécaniques moyennes des différentes combinaisons par ordre décroissant, est comme suit : le cas d'assemblage par corde en torsion puis corde en tressage et le dernier cas en fibres mono linéaires. Le classement par la méthode d'extraction est : le traitement Alcalin avec NaOH ( $T_{Alk}$ ), traitement par l'humidité sous terre ( $T_{Gr}$ ) et la dernière est le traitement avec l'eau seul ( $T_{Wt}$ ). Les propriétés mécaniques de ces bio composites dépondent donc du type de fibre, du diamètre de la fibre, la manière de l'assemblage et la méthode d'extraction de ces fibres. Les améliorations résultent du traitement par la solution NaOH ont changé la topographie de la surface latérale des fibres, en éliminant la cire, la pectine, l'hémicellulose et une partie de la lignine.

Les composites avec les fibres de sisal présentent le meilleur comportement mécanique à la traction que ceux élaborés avec les fibres de jonc. La différence est d'ordre de plus de 200%. Le cas d'assemblage en corde par torsion présente les valeurs les plus élevés du module de Young comparé aux autres formes d'assemblage. Le module de Young du composite renforcé par sisal est deux fois plus élevé que celui renforcé par jonc, pour les même caractéristiques. Les analyses par Microscopie Optique a permis les mesures du diamètre de fibres de sisal et jonc. Les fibres dans la résine ont subi un gonflement d'environ 18 à 20%. Ces mesures montrent l'effet de la méthode d'extraction sur la valeur moyenne du diamètre d'une fibre. Les meilleurs fibres sont ceux qui présentent plus de propreté sans le résiduel des impuretés et des diamètres plus petits.

L'analyse structurelle des bio composites par MEB a montré que le bio composite obtenu par la méthode d'extraction par la solution NaOH ( $T_{Alk}$ ) a la meilleure cohésion des fibres avec la matrice. La morphologie après traction des ruptures des éprouvettes montre que la rupture était une combinaison de défaillance le long de l'interface fibre-matrice et de rupture de certaines fibres ainsi qu'une cassure transversale fragile de la matrice de polyester.

Enfin, le meilleur matériau bio composite développé et recommandé est celui obtenu par la combinaison de la méthode d'extraction à base de traitement par NaOH (7%) et les fibres assemblées en corde par torsion. Cette combinaison a contribué d'une part à réduire l'épaisseur des bio composites comparaît à la bibliographie et d'autre part à améliorer les propriétés mécaniques des bio composites.

En perspective, on propose d'étudier une combinaison avec des fibres synthétiques (le verre par exemple, ...) à faible pourcentage avec les fibres de sisal, assurant un faible coût et une meilleure application industrielle. Aussi bien, on propose d'entamer une étude numérique des essais de traction de ces bio composites en déduisant leur loi de comportement.

#### **REFERENCES** Bibliographiques

- [1] Khaldi M, Vivet A, Poilâne C, Ben Doudou B, Chen J, Bourmaud A, Sereir Z. [2014] Etude en rupture d'un composite à fibres végétales d'alfa". Conférence matériaux - colloque ecomatériau, nov. 2014, Montpellier, France. Collection ecomateriau, 2014. (hal-01141555).
- [2] Berthelot J. M. [2012] Matériaux composites (5° Éd.) Comportement mécanique et analyse des structures. Lavoisier.
- [3] Trois grands groupes selon leur origine [15] p, 5.
- [4] Freund L. [2018] Thèse Etude du vieillissement hygrothermique des composites renforcés de fibres naturelles: approche expérimentale et modélisation. Thése de doctorat, lorraine, l'université de lorraine.
- [5] Bouhank S. [2012] Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites pp/ farine cellulosique. Mémoire, département de génie des procédés, université Ferhat Abbas Sétif 1, Algérie, pp, 56.
- [6] Slimani A. [2012] Valorisation des potentialités locales pour un habitat écologique en zone de montagne : cas de la région de yakouren. Mémoire département d'architecture, université mouloud Mammeri tizi ouzou, Algérie, 126 p.
- [7] DJebloun Y, [2018] Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales, Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider Biskra.
- [8] Audrey G. [2010] <u>https://www.gralon.net/articles/materiel-et-</u> consommables/matérielsindustriels/article-le-kapok---une-fibre-naturelle-3618.htm.
- [9] BAG Rahime. [2010] Thèse Solvants pariétaux et aptitude à la transformation des fibres de chanvre. Thése de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne.
- [10] Kamilia R. [2013] Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles, Boumerdes, M'hamed Bougara.
- [11] Batra S K, Marcel D. [1985] other long vegetable fibres, in Handbook of Fibre Science and Technology: Fibre Chemistry, volume Vol IV, pp 727–808.
- [12] Henriksson G, [1997] Identification and retting efficiencies of fungi isolated from dew-retted flax in the United States and Europe. Applied Environmental Microbiology, 63(4), pp, 3950– 3956.
- [13] Kirby R H. [1963] Vegetable fibres. Interscience Publishers, Inc., New York, London.
- [14] Persson K. [2000] Micromechanical Modeling of Wood and Fibre Properties. PhD Thesis, Lund University, Department of Mechanics and Materials, Lund, Sweden.
- [15] Baillie C. [2004] Green composites, Polymer composites and the environment, Wood head Publishing Ltd & CRC Press LLC.
- [16] Laughlin E C, Tait R A. [1980] Fracture mechanism of plant fibres, Journal of Materials Science, Vol. 15, pp. 89–95.
- [17] Page D H, El-Hosseiny F. [1983] The mechanical properties of single wood pulp fibres. Part VI: Fibril angle and the shape of the stress-strain curve, Journal Pulp and Paper Science, Vol.

9, pp. 99–100.

- [18] Baley C. [2005] Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Techniques de L'Ingénieur, Réf AM5 130.
- [19] Johar N, Ahmad I, Dufresne A.[2012] Extraction, préparation and caractérisation of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. Industrial Crops and Products, (1)37, pp, 93-99.
- [20] Couhert C. [2007].Thèse Pyrolyse flash à haute température de la biomasse Lignocellulosique et de ses composés production de gaz de synthèse, Thèse de pour obtenir le de Doctorat de L'Ecole des Mines de Paris Energétique.
- [21] Barre S, Benzeggagh M L.[1994] on the use of acoustic emission to investigate Damage mechanisms in glass fibre-reinforced polypropylène, Composites Science and Technology, Vol.52(3), pp,369–376.
- [22] Beckermann G W.[2007] Performance of Hemp-Fibre Reinforced Polypropylène Composite Materials, PhD Thesis, University of Waikato, New Zealand.
- [23] Beckermann G W, Pickering K L. [2008] Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Fibre treatment and matrix modification, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 39, pp. 979–988.
- [24] Madsen B, Thygesen A, Lilhot H.[2007] Plant fibre composites porosity and volumetric interaction. Composite Science and Technology, 67(7-8), pp. 1584–1600.
- [25] Bledzki A K , Gassan J. [1999] Composites reinforced with cellulose based fibres Prog. Polym . Sci. 24,pp, 221-274.
- [26] Raven P H, Evert R F, Eichhorn S E, Freeman W H. [1999] Biology of plants, 6ème edition, New York, pp,1- 927.
- [27] ViViDo Thi. [2011] These Matériaux compositesàfbres naturelles/polymère biodégradables ou non.AlimentationetNutrition.Université de Grenoble;Université des Sciences Naturelles d'HoChiMinh Ville, 2011.Français.fNNT, GRENA012f.ftel-00652477.
- [28] Kueny R. [2013] Biocomposites composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles. Thése de doctorat, Lorraine, L'université de Lorraine (Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie des Ressources Procédés Produits et Environnement).
- [29] Nicollin A. [2014] Développement de matériaux composites écologiques à base de résine de Tannins et de renforts de fibres vegétales. Thése de doctorat Université de Lorraine (Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie des Ressources Procédés Produits et Environnement).
- [30] Joshia S V, Drzalb L T, Mohanty A K, Arora S. [2004] are natural fibre composites environmentally superior to glass fibre reinforced composites Composites: Part A 35,pp, 371-376.
- [31] Baley C. Inluence of kink bands on the tensile strength on flax fibres. Journal of Material Science. 39,pp, 331-334.
- [32] Baltazar-y J A, Bistritz M, Schulz E, Bismarck A. [2008] Atmospheric air pressure plasmatreatment of lignocellulosicfibres: Impact on mechanical properties and adhesion to cellulose acetatebutyrate, Composites Science and Technology, Vol. 68, pp. 215-227.

- [33] Placet V. [2009] Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. Composites: Part A 40, pp: 1111–1118.
- [34] Van de Veld K, Baetens E. [2001] Thermal and mechanical properties of flax fibres as potential composite reinforcement. Macromolecular Materials Ingineering. 286,pp, 342-349.
- [35] Davies G C, Bruce D M. [1998] Effect of environmental relative humidity and damage on the tensile properties of flax and nettle fibres. Tensile Research Journal. 68,pp, 623-629.
- [36] Bos H L, Donald A M. [1999] In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres. Journal of Material Science, 34, pp, 3029-3034.
- [37] Van de Weyenberg L. [2005] flax fibres as reinforcement for epoxy composites. PhD Thesis, Catholic University of Leuven, Leuven.
- [38] Beg M D H, Pickering K L. [2008] Accelerated weathering of unbleached and bleached kraft wood fibre reinforced polypropylene composites, Polymer Degradation and Stability, Vol. 93, pp.1939–1946.
- [39] Adane adugna A and awoke fenta w. [2022] characterization of chemically treated sisal fibre/polyester composites Hindawi Journal of Engineering Volume 2022, Article ID 8583213, pp, 1-11.
- [40] <http://www.fao.org/economic/futurefibres/fibres/sisal/fr/.
- [41] Park, S N, Won D H, Hwang J P, Han S B. [2014] Cellular protective effects of dehydroeffusol isolated from Juncus effusus L. and the mechanisms underlying these effects. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 20(5), pp,3046-3052.
- [42] Boukhoulda A. [2017] These Etude numérique et expérimentale du procédé d'usinage des matériaux composites à base de fibres végétales-application à la fibre d'alfa stippa-tenacissima. Universite djillali liabes de sidi bel abbes.
- [43] Adil S. [2011] Matériaux composites à matrice epoxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres.» thése de doctorat, Lyon, L'institut national des sciences appliquées de Lyon.
- [44] Abdelmajid B J. [2019] These élaboration, procédé et caractérisation des composites renforcés avec haute teneur en fibre de cellulose université du québec en abitibi-témiscamingue école de génie.
- [45] Mustapha N. [2020] Développement d'éléments en biocomposite à base de fibre végétale pour la réhabilitation énergétique des bâtiments l'école centrale de nantes.
- [46] Kueny R. [2013] Biocomposites composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles. thése de doctorat , Lorraine, L'université de Lorraine(Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie des Ressources Procédés Produits et Environnement),
- [47] Meriem E B A. [2016] These modification des fibres végétales par un procédé écologiqueeffets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques l'Université du Québec à Trois-Rivières.
- [48] Sabrine H A E i, Vincent P, Hafedh B A G, Chedly B. [2016] Optimisation d'un processus basé sur le traitement enzymatique pour l'extration des fibres et étude de l'interface alfa/époxy

Xèmes Journées d'Etudes Techniques - JET'2016 Hammamet, Tunisi.

- [49] Brahim M.[2018] approche integree du procede de rouissage des fibres de chanvre vers une ameliorat ion de la qualite des intrants pour la fabrication des materiaux biocomposites centre des matériaux des mines d'alès (c2ma) & laboratoire de génie de l'environnement industriel (lgei).
- [50] Berrekheroukh N. [2021] These Étude de la probabilité de rupture des composites unidirectionnels a matrice polymère viscoélastique universite djillali liabessidi bel abbes.
- [51] Lisa V. [2019] these etude de matériaux naturels 2d potentialités d'utilisation comme renfort de matériaux composites universite des antilles.
- [52] Zineb S. [2021] These Textiles à base de fibres naturelles d'origine marocaine pour application matériaux composites niversité Chouaïb Doukkali (El Jadida, Maroc),
- [53] Rodrigue S M. [2020] These étude de la compaction et du préformage de renforts à fibres Unidirectionnelles de lin retenu par un liant papier ou mat université du québec à trois rivières.
- [54] Salim C. [2022] These Composites Endommagement des composites endommagement, Mécanique de l' Impact basses vitesses Résistance des matériaux Tolérance aux dommages Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace.
- [55] Hassan A, Azzam A, Hashim K A, Arun P V R. [2022] Mechanical Properties Study on Sandwich Composites of Glass Fibre Reinforced Plastics (GFRP) Using Liquid Thermoplastic Resin, Elium<sup>®</sup>: Preliminary Experiments journal MDPI *Coatings* 2022, *12*(10), pp, 14-23, <u>https://doi.org/10.3390/coatings12101423</u>.
- [56] Berlthelot J M. [2010] Mécanique des Matériaux et Structures Composites. ismans Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés. Le Mans, France.
- [57] Ahmad E.E.M., Luyt A.S.[2012] Effect of organic peroxide and polymer chain structure on morphology and thermal properties of sisal fibre reinforced polyethylene composites. Composites part A: Applied Science and Manufacturing, (2012), Vol. 43, pp, 700-710.
- [58] Nair K.C M, Kumar R.P., Thomas S., Schitb S.C., Ramamurthy K. [2000] Rheological behavior of short sisal fibre-reinforced polystyene composites. Composites: Part A: Applied Science and Manufacturing. (2000), Vol. 31, pp, 1231-1240.
- [59] Sangthong S, Pongrayoon T, Yanumet N. [2009] Mechanical property improvement of unsaturated polyester composite reinforced with admicellar-treated sisal fibres. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing (2009), Vol. 40, pp, 687-694.
- [60] Zhao X, Li R K Y e, Bai S. [2014] Mechanical properties of sisal fibre reinforced high density polyethylene composites : Effect of fibre content, interfaccial compatibilization, and manufacturing process, composites Part A : Applied Science and Manufacturing, (2014), Vol. 65, pp,169-174.
- [61] Panaitescu D. M. et al. [2007]L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques. Revue Roumaine de Chimie, Vol. 52,2007, pp. 409-414.
- [62] Arao Y, Fujiura T, Itani S, Tanaka T.[2015] Strength improvement in injection-molded juste fibre-reinforced polylactid green-composites » compostes part B : Engineering, (2015), Vol 68, pp, 200-206.

- [63] Nekkaa S, Guessoum M, Haddaoui N. [2009] Water absorption behavior and impact properties of spartium junceum fibre composites » International Journal of Polymeric Materials, Vol. 58, pp, 468-481.
- [64] Dhakal H N, Zhang Z Y, Richardson M O. [2007] Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites Composites Science and Technology,(2007), Vol. 67,pp, 1674-1683.
- [65] Belaadi A. Abderrezak B, Mostefa B, Fabrizio S.[2013] Tensile static and fatigue behavior of sisal fibres. Materials and Design .2013, pp, 4676-4683.
- [66] Joseph P V, Rabello M S, Mattoso L H C, Joseph K, Thomas S. [2021] Environmental effects on the degradation behavior of sisal fibre reinforced polypropylene composites. Composite Science and technology 2021, 6, pp, 2357-2372.
- [67] Alvarez V A, Fraga A N, Vasquez A. [2004] Effects of the moisture and fibre content on the Mechanical properties of biodegradable polymer-sisal fibre bio-composites. Journal of Applied Polymer Science2004,91,pp, 4007-4015.
- [68] Uppal N, Pappu A, Patidar R, Gowri S. [2019] Synthesis and characterization of short sisal fibre polyester composites. *Bull Mater*.201, 4, pp, 213-218.
- [69] Senthilkumar K, Saba N, Rajini N. [2018] Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites. *A review Construction and Building Materials*.2018; 174, pp, 713-729.
- [70] Ramesh M, Palanikumar K, Hemachandra R K. [2013] Mechanical property evaluation of sisal Jute–glass fibre reinforced polyester composites. *Composites Part B: Engineering*.2013, pp, 48-1-9.
- [71] Bezazi A, Belaadi A, Bourchak M, Scarpa F, Boba K. [2014] Novel extraction techniques Chemical and mechanical characterization of Agave Americana l natural fibres. *Composites: Part B*. 2014, 66, pp, 194-203.
- [72] Maurya H O, Gupta M K, Srivastava R K, Singh H.[2015] Study on the mechanical properties Of epoxy composite using short sisal fibre. *Materials Today: Proceedings*.2015, 2, pp, 1347-1355.
- [73] Maache M. [2018] These Elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages. L'université du 8 mai 1945 guelma.
- [74] Amroune S, Bezazi A, Belaadi A, Zhu C, Scarpa F S, Rahatekar, A. Imad.[2015] Tensile Mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L.). Composites: Part A 2015, 71, pp, 95-106.
- [75] Belouadah, Z, Ati A, Rokbi M. [2015]. Characterization of new natural cellulosic fibre from Lygeum spartum L. Carbohydrate polymers, 134, pp, 429-437.
- [76] Raj R G, Kokta B V. [1989] Compounding of cellulose fibres with polypropylene effect of fibre treatment on dispersion in the polymer matrix », Journal of Applied Polymer Science., Vol. 38, 1989, pp, 1987-1996.
- [77] Hervé M N. [2019] These Extraction et prétraitement de fibres naturelles de lin par une Approche enzymatique combinée au CO2 supercritique universite laval Québec, Canada.
- [78] Mouhoubi S, Osmani H, Bali T, Abdeslam S. [2012] elaboration et etude des proprietes des

Composites polyester/ alfa traitee et non traitee verres, céramiques & composites, vol.2, n°1 (2012), pp, 34-40.

- [79] Abdul K F H, Osama A A. [2015] new methodology for prestressing fibre universal journal Of mechanical engineering 3(6), pp, 252-261, and 2015 doi: 10.13189/ujme.2015.030605 composites
- [80] Bourahli M E H. [2014] THESE Caractérisation d'un composite verre / époxy universite ferhat abbas-setif.
- [81] Belaadi A. [2015] thèse elaboration et caracterisation des materiaux biocomposites l'université du 8 mai 1945 guelma.
- [82] Wilson W, Leonard M, Maina M. [2018] The compression and shear mechanical properties of treated and untreated sisal fibre-epoxy resin composites eleventh south african conference on computational and applied mechanics sacam 2018 vanderbijlpark, south africa, pp, 17-19.
- [83] Shanmugam D. [2014] Continuous unidirectional palmyra palm leaf stalk fibre/glass—polyester composites: static and dynamic mechanical properties Journal of Reinforced Plastics and Composites 2014, Vol. 33(9), pp, 836–850
- [84] Belaadi A. Et al. [2014] Fatigue in sisal fibre reinforced polyester composites: hysteresis and energy dissipation Procedia Engineering Guelma Algeria, 74 (2014), pp, 325 328 Université
- [85] Amroune S. [2016] THÈSE Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier' université du 8 mai 1945 guelma.
- [86] Mayandi K, Rajini N, Pitchipoo P, Jappes J TW, Siva I. [2015] Mechanical performance of cissus quadrangularis/polyester composite. Materials Today Communications, vol.4, pp, 222-232, DOI:10.1016/j.Mtcomm.2015.08.001.
- [87] Bessadok A, Marais S, Roudesli S, Lixon C, Métayer M. [2008] Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres. Composites: Part A 2008, 39, pp, 29-45.
- [88] Krishnaiah P, Ratnam C T, Manickam S. [2017] Enhancements in crystallinity, thermal stability, tensile modulus and strength of sisal fibres and their PP composites induced by the synergistic effects of alkali and high intensity ultrasound (HIU) treatments, ultrason. Sonochem. vol. 34, pp , 729-742, 2017, doi: 10.1016/j.ultsonch.2016.07.008.
- [89] Haque R, Saxena M, Shit S C, Asokan P. [2015] Fibre-matrix adhesion and properties evaluation of sisal polymer composite, fibres polym, vol. 16, no 1, pp. 146-152, janv. 2015, doi: 10.1007/s12221-015-0146-2.
- [90] Vahid S. [2021] Effet des modifications de surface sur les propriétés morphologiques et mécaniques de composites à base de coquille de sarrasin et de polyéthylène universite Québec, Canada.
- [91] Motaung T E, Linganiso L Z, Kumar R, Anandjiwala R D. [2017] Agave and sisal fibrereinforced polyfurfuryl alcohol composites, journal thermoplast. compos. Mater, vol. 30, no 10, pp, 1323-1343, oct. 2017, doi: 10.1177/0892705716632858.
- [92] Passas R. [2012] Natural fibres for paper and packaging. In R.M.Kozlowski, Handbook of natural fibres processing and Applications, wood head publishing series in textiles, elsevier science. pp, 367-400.

- [93] Srinivasa C V, Bharath K N. [2011] Impact and Hardness properties of areca fibre-epoxy reinforced composites journal of materials and environmental science sci. 2 (4) (2011),pp, 351-356 ,issn: 2028-2508.
- [94] Stinga N C. [2008] Utilisation de la chimie chromatogénique pour la conception et la réalisation de matériaux cellulosiques barrières à l'eau, aux graisses et aux gaz. Thèse de Doctorat. Université Joseph-Fourier-Grenoble, France.
- [95] Brannvall E. [2009] Overview of pulp and paper processes. In G. Henriksson, G. Gellerstedt, M. Ek, Pulp and Paper Chemistry and Technology: Pulping chemistry and technology Walter de gruyter, Berlin, pp, 1-11.
- [96] Bajpai P. [2015] General Background. In Green chemistry and sustainability in pulp and paper industry, Springer International Publishing Switzerland, pp, 1-10.
- [97] Hagiopol C, Johnston J W. [2011] from wood to paper a general view of the papemaking process. In chemistry of modern papermaking crc press, Taylor and Francis group, Boca Raton, pp, 5-50.
- [98] Zineb S. [2021] Textiles à base de fibres naturelles d'origine marocaine pour application materiaux composites- l'Universite Chouaib Doukkali au Maroc.
- [99] Nour R. et al. [2017] Comportement mécanique d'un composite verre époxy utilises dans les pales éoliennes: comparaison de modèles théoriques. 13ème Congrès de Mécanique, 11-14 Avril 2017 Meknès, maroc