

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF 1

THESE

Présentée à

L'Institut d'optique et Mécanique de Précision

Pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Option : Optique et mécanique de précision

Présenté par :

Mohamed El Hadi BOURAHLI

Caractérisation d'un composite verre / époxy

Soutenue le : .../.../ 2014 devant la Commission d'Examen :

Président	K. LOUCIF	Professeur	Université Sétif 1
Rapporteur	H. OSMANI	Professeur	Université de Sétif
Examineur	Y. BENARIOUA	Professeur	Université de M'SILA
Examineur	M. RAHMANI	Professeur	Université de Laghouat
Examineur	O. ALLAQUI	M.C.A	Université de Laghouat
Invité	A. YOUSFI	M.C.A	Université de Laghouat

REMERCIEMENTS

Ces quelques pages sont une synthèse de travaux réalisés au sein du Laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM) de l'Institut National d'Optique et Mécanique de Précisions de Sétif.

Je désire en tout premier lieu adressé toute ma reconnaissance à mon directeur de thèse le Professeur **Hocine OSMANI** pour avoir dirigé ma thèse.

Il fut tout au long de ce travail mon principal conseiller et interlocuteur et j'ai été maintes fois fasciné par sa créativité et son enthousiasme. Son soutien de tous les instants m'a permis de réaliser ce travail alors que les périodes difficiles que j'ai traversées durant ces dernières années auraient pu m'y faire renoncer. Il m'a ainsi apporté une aide inestimable et je ne saurais jamais assez l'en remercier.

Je remercie vivement Monsieur **Philippe JODIN** Directeur du laboratoire de fiabilité mécanique (L.F.M) de Metz pour avoir bien voulu m'accueillir dans son laboratoire et pour les discussions toujours enrichissantes.

Je voudrais adresser un remerciement particulier à tous les étudiants que j'ai encadré. Ce travail n'est que le fruit de vos contributions chacun dans son domaine.

J'adresse ma reconnaissance à tous les membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'accepter d'évaluer ce travail.

Vu le grand nombre d'amis que j'ai, et par envie de citer vraiment tout le monde, et aussi par crainte d'oublier certains, j'ai préféré ne pas citer de noms. Je tiens à remercier tous mes amis et collègues de l'Institut d'Optique et Mécanique de Précision et ailleurs pour leur sympathie. J'adresse par la même occasion mes remerciements à tous ceux qui ont contribué de proche ou de loin à la réussite de ce travail. Merci à vous tous mes amis.

Je ne saurais terminer ces remerciements sans une pensée pour tous les membres du laboratoire (LFM de Metz) avec lesquels j'ai passé des moments agréables pendant mes stages de courtes durées.

Louange à Dieu le tout puissant de m'avoir donné santé, patience et courage tout au long de mes études.

La connaissance s'acquiert par l'expérience, tout le reste n'est que de l'information.

Albert Einstein

Le vrai point d'honneur n'est pas d'être toujours dans le vrai. Il est d'oser, de proposer des idées neuves, et ensuite de les vérifier.

Pierre Gilles De Gennes

Introduction	1
Chapitre I : Fibres naturelles et de verre	
I.1 Fibre de verre de renforcement	5
I.2 Présentation des fibres naturelles	5
I.3 Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients	6
I.4 Extraction des fibres végétales	7
a- Rouissage biologique	7
b- Rouissage chimique	7
c- Rouissage mécanique	7
I.5 Structure et morphologie des fibres lignocellulosiques	8
I.6 Composition chimique et caractérisation physico-chimique	10
I.6.1 La cellulose	11
a- Structure de la cellulose	12
I.6.2 hémicelluloses	15
Structure et composition de l'hémicellulose	16
I.6.3 lignine	17
I.7 Propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales	19
I.7.1 Effet des traitements chimiques des fibres végétales	21
I.7.2 Facteurs influents la caractérisation des fibres végétales	23
a- Influence de la section	23
b- Effet de la présence d'eau et de la température	23
I.7.3 Aspect statistique	23
I.8 Fibre végétale Diss (<i>Ampelodesmos mauritanicus</i>)	24
I.9 Fibre végétale Jute	25
Chapitre II : Caractérisation des matériaux composites	
II.1 Matériaux composites	28
II.1.1 La matrice	28
II.1.1.1 Polyesters insaturés	29
II.1.1.2 Propriétés des polyesters UP	29
a- Propriétés mécaniques des UP	30
b- Relations propriétés/structure	30
II.1.2 Le renfort	30
II.1.2.1 Préparation des fibres	31
II.1.2.1.1 Méthodes physiques	31
II.1.2.1.2 Méthodes chimiques	32
a- Couplage par liaisons chimiques	32
b- Couplage par composé chimique contenant des groupements méthanols	33
c- Couplage par composé chimique contenant des groupements hydroxyles	33
II.1.2.3 Effet de l'alcalisation sur les propriétés mécaniques	33
II.1.2.4 Imprégnation des fibres	33
II.2 Mise en œuvre des composites renforcés de fibres naturelles	34
II.3. Facteurs influençant les performances mécaniques des composites	34
II.3.1 Facteurs liés à l'incorporation de fibres courtes	34
II.3.1.1. Influence de l'humidité	35

SOMMAIRE

II.3.1.2. Influence de la porosité	35
II.3.1.3. Influence de la morphologie	35
II.3.1.4. Influence du taux de renfort	35
II.3.1.5. Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort	36
II.3.2 Influence de l'origine végétale de la fibre	36
II.4 Comportement mécanique des composites sous sollicitation dynamique	37
II.4.1 Paramètres d'essai d'impact	37
-Effet de la vitesse d'impact	37
II.4.2 Mécanismes d'endommagement par impact	39
II.4.2.1. Endommagement matriciel	40
II.4.2.2. Délaminage	40
II.4.2.3 Rupture des fibres	41
II.4.3. Forme de la zone endommagée par impact	41
II.4.4 Les paramètres influençant la réponse à l'impact	41
II.4.4.1 Influence de la forme de l'impacteur	41
II.4.4.2 Influence de la séquence d'empilement	42
II.4.4.3 Influence de l'épaisseur de la plaque	42
II.4.4.4 Influence des propriétés des fibres et des résines	42
II.5 Endommagement par fatigue des composites	42
II.5.1 Evolution du module apparent en fatigue	43
II.5.2 Paramètres d'endommagement	45
II.5.3 Critères de rupture	45
II.5.4 Suivi des mécanismes d'endommagement	45
Chapitre III : Techniques expérimentales	47
III.1 Présentation des constituants des composites	47
III.1.1 Matrice	47
III.1.2 renfort	47
III.1.2.2 Fibre de Diss	47
III.1.2.3 Fibre de jute	48
III.2 Caractérisations physico-chimique des fibres	48
III.2.1 Caractérisations chimiques	48
III.2.1.1 La siccité	49
III.2.1.2 Taux de cendres	49
III.2.1.3 Taux de Graisses et cires Taux de cendres	49
III.2.1.4 Taux de lignine (méthode de Klason)	49
III.2.1.5 Taux de cellulose	50
III.2.1.6 Taux des hémicelluloses	49
III.2.2. Traitements chimiques	50
III.2.2.1 Traitement par rouissage	50
III.2.2.2 Traitement alcalin	50
III.2.3. Caractérisations physiques	51
III.2.3.1 Mesure de la densité	51
III.2.3.2 Perte en masse	51
III.2.3.3 Test d'absorption	52
III.2.3.4 Mesure de la section des fibres pour évaluer la contrainte	52

SOMMAIRE

III.2.4. Caractérisations structurales	52
III.2.4.1. Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	52
III.2.4.2. Diffraction des rayons X	52
III.3. Elaboration des Composites	53
III.3.1 Mesure de la réactivité	53
III.3.2 Mise en œuvre de Composite polyester/Diss	53
III.3.3 Mise en œuvre de Composite polyester/jute	54
III.4 Essais de caractérisation mécanique	55
III.4.1 Essai de traction sur les constituants	55
a- Essai sur fibre	55
b- Aspect statistique de la rupture par traction des fibres	55
c- Essai sur matrice (résine vierge)	56
III. 4.2 Essai sur composite	57
a- Essai de traction	57
b- Essai de flexion trois points	57
III. 4.3 Essai de fatigue	58

RESULTATS ET DISCUSIONS

Chapitre IV : Caractérisation physico-chimique des fibres Diss et jute

IV.1 Morphologie des fibres Diss	59
IV.2 Composition biochimique	60
IV.3 caractérisation physico-chimique	62
IV.3.1 Mesure de la masse volumique	62
IV.3.2 Absorption d'humidité	63
IV.4 Effet des traitements sur les fibres	64
IV.4.1 Traitement par rouissage	64
IV.4.2 Traitements alcalin	65
IV.5. Evaluation des traitements des fibres	66
IV.5.1 Perte en masse	67
IV.5.2 Modification de la structure	67
IV.5.2.1 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	67
IV.5.2.2 Diffraction des rayons X	70

Chapitre V : Essais sur les constituants des composites

V.1. Etude du comportement de la matrice	74
V.1. 1 Réactivité des résines UP	74
V.1. 2 Caractérisations mécaniques de la matrice polyester UP	76
a- En Traction	76
b- En flexion	77
V.2. Caractérisation du renfort fibre Diss	78
V.2.1 détermination de la contrainte mécanique et modules d'élasticité	79
V.2.1.1 Influence de la section	79
V.2.1.2 Influence de la longueur utile des fibres	81
V.2.1.3 Effet de la vitesse de sollicitation	83
V.2.1.4 Traitement statistique des résultats de contraintes	84
a- Modélisation de la contrainte par la distribution de Weibull à deux paramètres	84

SOMMAIRE

b-	Modélisation de la contrainte par la fonction de Weibull à trois paramètres	87
c-	Modélisation de la contrainte en fonction de distribution bimodale de Weibull	88
d-	Comparaison entre les trois types de modélisation	89
V.2.2	Effet du traitement alcalin sur la contrainte mécanique des fibres Diss	89
V.2.2.1	Effet du temps de traitement	89
V.2.2.2	Aspect statistique	90
a-	Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à deux paramètres (m, σ)	91
b-	Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres (m, σ, σ_u)	91
c-	Modélisation des résultats par la distribution de Weibull bimodale	92
d-	Comparaison entre les trois types de modélisation	92
V.2.3	Détermination du module d'élasticité de la fibre Diss	93
V.3	Caractérisation mécanique du renfort jute et verre	94
V.3.1	Renfort verre	94
V.3.1	Renfort Jute	95
Chapitre VI : Caractérisation physiques et mécaniques des composites élaborés		
VI.1.	Caractérisation Physico-chimique des composites élaborés	97
VI.1.1	mesure de porosité	97
VI.1.2	mesure de densité	98
VI.1.3	Reprise d'eau	99
VI.2	propriétés mécaniques des composites élaborés	100
VI.2.1	en traction	100
a-	Faciès de rupture en traction	102
b-	Effet du traitement et du taux de fibres sur les propriétés des composites FD	103
VI.2.2	en flexion	104
a-	Effet du traitement et du taux de fibres sur les propriétés des composites FD	106
b-	Faciès de rupture en en flexion	107
VI.2.3	Comparaison des propriétés des composites élaborés	107
VI.3	Caractérisation des composites sous sollicitation sévère (fatigue par chocs répétés)	108
VI.3.1	Détermination de l'énergie d'impacts	109
VI.3.2	Perte de rigidité des plaques composites	109
VI.3.4	Evaluation du paramètre d'endommagement des composites	110
VI.3.5	Détection du dommage des composites	112
a-	Face Impactée	112
b-	Face non impactée (opposée à l'impact)	113
VI.3.6	Évolution de la taille des fissures et l'aire de la zone endommagée	114
VI.3.6.1	Évolution de la taille des fissures	114
VI.3.6.2	Évolution de l'aire de la zone endommagée	116
VI.3.7	Prédiction de la durée de vie des composite	117
Conclusion		118
Conclusion Générale		120
Annexes		123
Références Bibliographiques		125

SOMMAIRE

Liste des figures

	<u>Page</u>
<i>Fig. I.1 Les différents types de fibres naturelles.</i>	6
<i>Fig. I.2 Figure 1.2: Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales.</i>	8
<i>Fig. I.3 Structure des fibres de bois d'après Harrington.</i>	9
<i>Fig. I.4 Représentation schématique d'une: a) fibre; b) cellule; c) section de la cellule.</i>	9
<i>Fig. I.5 Classification chimique des composants du bois</i>	10
<i>Fig. I.6 Représentation de la chaîne de cellulose.</i>	12
<i>Fig. I.7 Organisation supramoléculaire des microfibrilles.</i>	12
<i>Fig. I.8 Structure cristalline d'une maille de cellulose I d'après le modèle de : a- Meyer-Misch et b- Kolpak et Blackwell.</i>	14
<i>Fig. I.9 Structure fine des fibres de cellulose.</i>	14
<i>Fig. I.10 Diffractogrammes RX de deux polymorphes de la cellulose a- cellulose I, b- cellulose II</i>	15
<i>Fig. I.11 Structure chimique d'un 4-O-méthylglucunoxylane chez les a- feuillus, b- conifères.</i>	16
<i>Fig. I.12 Structure chimique partielle d'un 4-O-acétylgalactoglucomanne chez les conifères</i>	17
<i>Fig. I.13 Alcools Unités précurseurs de la biosynthèse de la lignine.</i>	18
<i>Fig. I.14 nomenclature employée pour les unités de liaisons C C de la lignine.</i>	18
<i>Fig. I.15 Comportement en traction monotone d'une fibre élémentaire lin, longueur utile 10 mm.</i>	20
<i>Fig. I.16 Herbe de Diss Ampelodesmos mauritanicus</i>	24
<i>Fig. I.17 Plante de jute Typique a,b et c botte de fibres extraite de la tige de jute</i>	25
<i>Fig. I.18 Portion d'une section verticale de fibre de jute (a), amas de fibre (b), et brins tressé (c)</i>	25
<i>Fig. I.19 Photo MEB d'une rupture à la traction d'une fibre jute (a) mince, $d=0.02\text{mm}$ et (b) épais, $d=0.02\text{mm}$</i>	27
<i>Fig. I.20 Essai de traction sur des fibres de jute traitées avec différentes solutions de soude</i>	27
<i>Fig. II.1 Différents types de matrices utilisées dans les composites.</i>	28
<i>Fig. II.2 Cycle de polymérisation d'une résine polyester pré-accélérée insaturé (a) temps de gel (b)</i>	29
<i>Fig. II.3 Principaux matériaux de renfort.</i>	31
<i>Fig. II.4 Comptabilisation des fibres végétales et matrice polymère</i>	32
<i>Fig. II.5 principe de moulage au contact</i>	34
<i>Fig. II.6 Influence du taux d'incorporation en fibres de jute sur le comportement mécanique.</i>	36
<i>Fig. II.7 Réponse à l'impact a- faible vitesse- b- moyenne vitesse.</i>	38
<i>Fig. II.8 Classification des phénomènes dynamiques suivant le temps de sollicitation</i>	38
<i>Fig. II.9 Type de réponse selon la durée de l'impact</i>	39
<i>Fig. II.10 Sévérité de l'impact</i>	39
<i>Fig. II.11 Faciès des dommages d'impact :a) composite tissé CMO, b) composite stratifié</i>	40
<i>Fig. II.12 Schématisation du Cône d'endommagement(a) endommagement double hélice b)</i>	41

SOMMAIRE

<i>Fig. II.13 Courbe schématique de la fatigue et définition des domaines d'endurance</i>	43
<i>Fig. II.14 Evolution caractéristique du module en fatigue de stratifiés [0/90]_n</i>	43
<i>Fig. II.15 Evolution du module en fatigue selon différents niveaux de chargement.</i>	44
<i>Fig. II.16 Evolution du module en fatigue selon différents niveaux de chargement</i>	44
<i>Fig. II.17 Evolution du module en fatigue selon différents niveaux de chargement (a) et matrices (b)</i>	45
<i>Fig. III.1 Plante Diss Ampélodesmos Mauritanicus Diss.</i>	47
<i>Fig. III.2 Tissu de jute.</i>	48
<i>Fig. III.3 Procédé d'extraction de cellulose, d'hémicellulose et de lignine.</i>	49
<i>Fig. III.4 Section apparente de faisceau de fibre Diss.</i>	52
<i>Fig. III.5 Mise en œuvre de composite Mat Diss (SMC-R20) brut et traité 5%NaOH</i>	54
<i>Fig. III.6 Fibre de jute et de Diss avec talon en époxy.</i>	55
<i>Fig. III.7 Eprouvettes en résine UP sans renfort, (a) éprouvette de traction, (b) éprouvette de flexion.</i>	56
<i>Fig. III.8 Schéma d'une éprouvette de traction en forme (a) altère (b) plate.</i>	57
<i>Fig. III.9 Schéma d'une éprouvette de flexion 3 points</i>	57
<i>Fig. III.10 Dispositif de fatigue par chocs répétés.</i>	58
<i>Fig. IV.1 Section transversale de la feuille Diss. (c) Touffe de Diss (Ampelodesmos) (a) feuille de Diss (b)</i>	59
<i>Fig. IV.2 vue longitudinale de la face intérieure de la feuille de Diss.</i>	60
<i>Fig. IV.3 Défauts créés par flexion sur la face en compression de la fibre Diss.</i>	60
<i>Fig. IV.4 Schéma Typique de touffe Diss récoltée.</i>	60
<i>Fig. IV.5 Composition chimique des fibres de Diss en matière sèche (% en poids).</i>	61
<i>Fig. IV.6 Evolution de la prise d'humidité des fibres Diss brutes.</i>	63
<i>Figure IV.7: Effet du temps de traitement alcalin sur le coefficient d'absorption d'humidité.</i>	64
<i>Fig. IV.8 Montre une fibre de Diss brute (a) et extraite par rouissage à l'eau (b)</i>	65
<i>Fig. IV.9 Fibres Diss brute, a et c- brutes et b, d après traitement 5%NaOH.</i>	65
<i>Fig. IV.10 Fibres Diss après 24 h de traitement.</i>	66
<i>Fig. IV.11 Fibre Diss après 48 h de traitement.</i>	66
<i>Fig. IV.12 Evolution de la perte en masse des fibres de Diss en fonction du temps de traitement.</i>	67
<i>Fig. IV.13-a FTIR des fibres Diss : (a) brutes et (f) cellulose pure.</i>	69
<i>Fig. IV.13-b FTIR des fibres Diss : (a) brutes (b) traitées 2h, (5% NaOH).</i>	70
<i>Fig. IV.14 Diffractogrammes des fibres de Diss brutes et traitées par la soude (NaOH) 5% pendant 2, 6, 8 et 24h.</i>	72
<i>Fig. IV.15 Variation de l'indice de cristallinité en fonction du temps de traitement (NaOH5%).</i>	73
<i>Fig. V.1 Thermogramme de la résine pour différentes températures avec 1% de catalyseur.</i>	75
<i>Fig. V.2 Thermogramme de la résine polyester pour différentes concentration de catalyseur</i>	75
<i>Fig. V.3 Influence de la température sur le temps de gélification et du maximum d'exothermie</i>	76

SOMMAIRE

<i>Fig. V.4 Influence du taux de catalyseur sur le temps de gélification et du maximum d'exothermie</i>	76
<i>Fig. V.5 Exemple de courbe contrainte/allongement d'une résine polyester à température ambiante.</i>	76
<i>Fig. V.6 Evolution de la résistance à rupture et du module d'Young à la traction de la résine UP sous l'effet de la température initiale et de la concentration en catalyseur.</i>	77
<i>Fig. V.7 Courbe typique d'un polyester UP soumis à la flexion trois points</i>	78
<i>Fig. V.8 Courbe typique (contrainte-déformation) en traction d'un faisceau fibres Diss</i>	79
<i>Fig. V.9 Section du faisceau de la fibre Diss rompu</i>	80
<i>Fig. V.10 : Variation de la résistance à la rupture en fonction de la section des fibres testées pour des longueurs de jauge de (20, 30, 40, 50, 60et 80 mm)</i>	81
<i>Fig. V.11 Exemples de courbes force-allongement de faisceaux de fibres Diss à différentes longueurs de jauge</i>	82
<i>Fig. V.12 Influence de la longueur de jauge sur la contrainte à la rupture en traction des fibres de Diss brutes</i>	82
<i>Fig. V.13 Variation du module élastique des faisceaux de fibres Diss en fonction de LU</i>	83
<i>Fig. V.14 Effet des longueurs utiles de fibres Diss sur la contrainte à rupture. Pour différentes vitesses d'essai de traction (a) et pour un taux de déformation constant(b).</i>	83
<i>Fig. V.15 Défiabilité de rupture de fibres brutes pour L=50mm (Weibull à deux paramètres)</i>	85
<i>Fig. V.16 Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull à deux paramètres)</i>	85
<i>Fig. V.17 Courbe de distribution de Weibull des fibres de Diss pour différentes longueur utile</i>	86
<i>Fig. V.18 Dépendance entre la résistance à la traction et la longueur utile des fibres Diss</i>	86
<i>Fig. V.19 Défiabilité de rupture de fibre brute (Lu=50mm) distribution de Weibull à trois paramètres</i>	87
<i>Fig. V.20 Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull à trois paramètres)</i>	87
<i>Fig. V.21 Défiabilité de rupture de fibre brute (Lu=50mm) distribution de Weibull bimodale</i>	88
<i>Fig. V.22 Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull bimodale)</i>	88
<i>Fig. V.23 Comparaison entre les trois types de modélisation de la défiabilité de rupture (Lu=50 mm)</i>	89
<i>Fig. V.24 Evolution de la résistance à la rupture des fibres Diss en fonction du temps de traitement alcalin</i>	90
<i>Fig. V.25 Défiabilité de rupture de fibre traitées (Lu=50mm) distribution de Weibull unimodale 2P</i>	91
<i>Fig. V.26 Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull unimodale 2P)</i>	91
<i>Fig. V.27 Défiabilité de rupture de fibre traitées (Lu=50mm) distribution de Weibull unimodale 3P</i>	91
<i>Fig. V.28 Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull unimodale 3P)</i>	91
<i>Fig. V.29 Défiabilité de rupture de fibre traitées (Lu=50mm) distribution de Weibull bimodale</i>	92
<i>Fig. V.30 Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull bimodale)</i>	92
<i>Fig. V.31 Défiabilité de rupture de fibre Diss traitées pendant 2h, Lu=50mm. Comparaison entre les trois types de modélisation</i>	93

SOMMAIRE

<i>Fig.V.32 Variation du module d'élasticité en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH)</i>	94
<i>Fig. V.33 Courbes résistance déformation en traction d'un toron de fibre de verre</i>	94
<i>Fig. V.34 Exemple d'une courbe force allongement en traction d'un toron du jute</i>	95
<i>Fig. VI.1 Taux de porosité en relation des pourcentages de fibres et de matrice des composites élaborés.</i>	98
<i>Fig. VI.2 Porosités sur la surface du composite FD-mat 30%.</i>	98
<i>Fig. VI.3 Courbes gravimétriques de sorption d'eau des composites à renfort verre, Diss et jute par immersion.</i>	99
<i>Fig. VI.4 Variation du taux d'absorption d'eau en fonction de la racine du temps, pour composite à renfort FD brut et traité à 5% NaOH pendant 2 h.</i>	100
<i>Fig. VI.5 Courbes contrainte- déformation en traction des composites à matrice polyester renfort mat Diss, mat verre et tissu jute.</i>	101
<i>Fig. VI.6 Facies de rupture en traction du composite FD-mat30%</i>	103
<i>Fig. VI.7 Effet du taux et du temps de traitement des fibres Diss sur les propriétés mécaniques en traction du composite (2h de traitement).</i>	104
<i>Fig. VI.8 Courbe contrainte – déformation en (flexion 3 pts) des composites FV mat, FD- mat et FJ tissu/ polyester</i>	105
<i>Fig. VI.9 Effet du traitement et du taux de fibre sur les propriétés en flexion des composites FD</i>	107
<i>Fig. VI.10 Facies de rupture en flexion du composite FJ-tissu</i>	107
<i>Fig. VI.11 Module élastique et contrainte à rupture spécifique en traction et flexion 3 pts des trois composites.</i>	108
<i>Fig. VI. 12 Energie élastique et à rupture des composites étudié.</i>	109
<i>Fig. VI. 13 Influence du nombre d'impact sur la raideur des composites (courbe Charge-déplacement)</i>	110
<i>Fig. VI.14 courbe d'endommagement des trois composites.</i>	111
<i>Fig. VI.15 Micrographie du composite FJ-tissu/ polyester face non impactée</i>	113
<i>Fig. VI.16 Micrographie du composite FJ/polyester (face non impactée)</i>	114
<i>Fig. VI. 17 Évolution de la taille de la fissure en fonction de nombre d'impacts pour les différents composites</i>	115
<i>Fig. VI.18 Taux de croissance de la fissure principale en fonction la longueur de fissure</i>	116
<i>Fig. VI.19 Evolution de l'aire d'endommagement de la face impactée en fonction du nombre d'impact (N)</i>	117
<i>Fig. VI.20 Prédications de durée de vie en fatigue par choc répété pour les trois composites élaborés</i>	117

SOMMAIRE

Liste des Tableaux

	<u>Page</u>
<i>Tab. I.1 Paramètres structuraux de différentes fibres végétales.</i>	10
<i>Tab. I.2 Compositions chimiques de quelques fibres végétales.</i>	11
<i>Tab. I.3 Paramètres des mailles cristallines des polymorphes de la cellulose.</i>	20
<i>Tab. I.4 Propriétés de quelques fibres végétales. a- physicochimique, b- mécaniques.</i>	24
<i>Tab. I.5 Propriétés mécaniques moyennes en traction de fibres végétales (lin, chanvre, ortie) caractérisées dans les mêmes conditions.</i>	21
<i>Tab. I.6 Comportement mécanique de composites à base de fibres de Sisal.</i>	22
<i>Tab. I.7 Principales caractéristiques physiques des fibres de jute.</i>	26
<i>Tab. II.1 Résistance chimique des résines polyester.</i>	29
<i>Tab. II.2 Propriétés mécaniques des principales résines de stratifications.</i>	30
<i>Tab. II.3 Caractéristiques des polyesters insaturés</i>	30
<i>Tab. II.4 Influence du taux d'incorporation sur le comportement mécanique de composite polypropylène – bambou ;</i>	36
<i>Tab. II.5 Propriétés mécaniques de différents composites chargés avec 40% de fibres</i>	37
<i>Tab. III.1 Dimension des éprouvettes de traction et de flexion 3 points des composites élaborés</i>	58
<i>Tab. IV.1 distribution des longueurs de fibres de Diss.</i>	60
<i>Tab. IV.2 Synthèse bibliographique sur la composition chimique des différents types de fibres végétale ; comparaison avec les fibres de Diss et jute.</i>	62
<i>Tab. IV.3 Densités des fibres de Jute et Diss.</i>	63
<i>Tab. IV.4 Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres végétales</i>	68
<i>Tab. IV.5 Taille apparente moyenne des cristallites (TAC) au Plan (002) et (004) en fonction du temps de traitement (5% NaOH).</i>	73
<i>Tab. V.1 Résultats des essais de traction pour la résine étudiée</i>	77
<i>Tab. V.2 Caractéristiques mécaniques en flexion trois point de la résine polyester</i>	78
<i>Tab. V.3 Contrainte moyenne de Diss pour différentes longueur utiles</i>	79
<i>Tab. V. 4 Paramètres de Weibull (2 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs</i>	85
<i>Tab. V.5 Contraintes moyennes en traction des fibres Diss calculées (Weibull à 2 paramètres)</i>	87
<i>Tab. V.6 Paramètres de Weibull (3 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres Diss brutes de différentes longueurs</i>	87
<i>Tab. V.7 Paramètres de Weibull (bimodale) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs</i>	88
<i>Tab. V.8 Paramètres de Weibull issu de la modélisation de la rupture des fibres Diss traitées</i>	93
<i>Tab. V.9. Propriétés moyennes des fibres de verre E</i>	95
<i>Tab. V.10 Propriétés mécaniques de l'écheveau de jute</i>	95

SOMMAIRE

<i>Tab. VI.1 Densité apparente des différents composites</i>	98
<i>Tab VI.2 Propriétés mécaniques à rupture en traction des matériaux composites élaborés.</i>	102
<i>Tab VI.3 : Module élastique et contrainte à la rupture en flexion 3 pts des composites élaborés</i>	106
<i>Tab. VI.4 Nombres d'impacts supplémentaires normalisés de rupture des trois composite</i>	111
<i>Tab. IV.5 Seuil d'initiation des fissures des différents composites</i>	115

INTRODUCTION

La conception et le développement de nouveaux matériaux est le souci permanent de nombreux secteurs industriels. L'environnement est la préoccupation majeure de l'industrie contemporaine que ce soit de haute technologie (aéronautique ...) ou dans le domaine du quotidien (automobile, habitat...). Donc, l'intégration de nouveaux matériaux à caractère écologique est une nécessité inévitable. Actuellement les fibres synthétiques sont largement dominantes dans les produits à grande diffusion. Cependant, leur utilisation soulève de plus en plus de problèmes environnementaux. L'énergie de production et l'émission de composés nocifs sont des inconvénients majeurs. Pour le moment, aucune solution n'est viable et économique pour le recyclage des composites à fibres traditionnelles, sans pollution. L'utilisation des fibres naturelles s'avère une alternative plus respectueuse de l'environnement. La substitution des fibres synthétiques par des fibres biodégradables et issues de ressources renouvelables contribue à la protection de l'environnement.

Les fibres naturelles telles que le chanvre, le lin, le jute, le sisal, le bambou ou encore le palmier et l'alfa sont introduits dans l'industrie des composites. Par conséquent de lourds investissements sont faits dans le secteur de production agricole de ces fibres.

L'utilisation des fibres végétales prend de plus en plus d'ampleur. Les propriétés spécifiques intéressantes, la faible densité et la biodégradabilité de ces fibres ouvrent des perspectives prometteuses. Ces nouveaux matériaux ont connu un essor très important au cours de ces dernières décennies. De nombreux travaux ont mis en valeur les avantages et les limitations intrinsèques de ces matériaux. Malgré le développement des composites à fibres naturelles, de nombreuses difficultés doivent être surmonté:

-L'incompatibilité des fibres cellulosiques avec certains polymères. Cette incompatibilité provient de la nature hydrophile des fibres végétales et au caractère plus hydrophobe de la matrice. Cela constitue une difficulté majeure sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des charges entre le renfort et la matrice. De façon plus générale, l'amélioration de la qualité de l'interface fibre/matrice est le focus des activités de recherche menées sur les composites à base de fibres naturelles.

-La seconde difficulté provient de la très grande diversité et la variabilité des fibres naturelles. Leurs caractéristiques physico mécaniques sont très délicats à maîtriser. De plus, les propriétés mécaniques des fibres d'origine végétale varient considérablement dans la même espèce et d'une espèce à l'autre.

De différents traitements pouvant améliorer l'adhésion et la maîtrise de la dispersion des fibres sont proposés. Ce sont des traitements mécaniques, physiques ou chimiques

Dans ce contexte, nos travaux visent à évaluer les performances physico-chimiques et mécaniques de composite à matrice organique renforcée par des fibres végétales. Les performances mécaniques de ces bio composites sont comparées à celles renforcés par les fibres de verre.

Deux fibres naturelles (jute et Diss) sont choisies pour la réalisation de ce travail. Le jute possède des caractéristiques mécaniques intéressantes en termes de résistance à la traction et à la flexion. De plus, le jute importé est à l'état brut ou traité. Par contre la fibre Diss constitue l'une des richesses végétales les plus abondantes en Algérie et peu exploitée.

INTRODUCTION

Une étude bibliographique est faite sur les matériaux composites et ses différents constituants. Après une présentation exhaustive des composites, on traite essentiellement les différents constituants utilisés pour la mise en forme des composites. Les principales techniques de modification de la surface des substrats celluloseux sont décrites et analysées. On présente également les différentes techniques de caractérisation mécanique et les traitements statistiques pour l'analyse des résultats.

Le mémoire est agencé en deux grandes parties. La première partie est constituée de deux chapitres.

- le premier chapitre est consacré à la présentation des fibres naturelles et synthétiques. La morphologie ; la composition et le comportement mécanique des fibres sont décrites.

- Le second chapitre fait l'objet d'une étude bibliographique sur les propriétés des matériaux composites à renfort synthétique et végétale. L'effet des paramètres de mise en œuvre et les causes d'endommagements sont revus et discutés. Ainsi que les solutions techniques pour l'amélioration de l'adhésion entre les fibres et la matrice polymérique sont présentées.

La deuxième partie présente la contribution expérimentale et les résultats obtenus ainsi que leur discussion. Les étapes d'élaboration des composites à matrice polymérique (polyester) avec les différents type de renfort (Verre, Jute et Diss) sont présentés. Les différentes procédures expérimentales sont décrites. L'approche statistique est utilisée pour évaluer la résistance des fibres brutes et traitées. De même, les techniques de caractérisation des composites élaborés sous sollicitation statique et dynamique (chocs répétés) sont présentés et discutés.

Le chapitre III décrit les différentes caractéristiques des constituants des composites élaborés. On présente les différentes conditions expérimentales physico-chimiques et mécaniques des matériaux utilisés et en particulier, la fibre Diss et ses traitements physico chimiques.

La caractérisation physicochimique de fibre végétale Diss constitue la partie essentielle du chapitre IV. Cette nouvelle fibre est étudiée en comparaison avec la fibre de jute. La modification de la morphologie et l'activation de cette fibre nécessite le recours à un traitement alcalin (NaOH). L'effet de ce traitement sur les fibres Diss est discuté.

Une approche statistique est abordé pour palier le problème lié à la dispersion de la résistance mécaniques des faisceaux de fibres Diss.

- Le chapitre V. traite la caractérisation physico-chimique et mécanique des constituants des composites élaborés. Il s'agit d'évaluer les propriétés de la matrice (polyester) et les différents renforts utilisés (Verre, Jute et Diss). L'effet de vieillissement des renforts dans l'eau sur la résistance à la traction est présenté et discuté.

- Le chapitre VI fait l'objet de la caractérisation des trois composites élaborés. Le comportement de ces composites sous sollicitations statiques et dynamiques sont présentés et discutés. Les effets des différents traitements physico chimiques et mécaniques sont exploités en relation avec les faciès de rupture.

Le mémoire s'achève par une conclusion générale. Il s'agit d'une synthèse des résultats obtenus, les conclusions tirées de cette étude et les perspectives envisagées.

L'utilisation industrielle des fibres date du début du XXe` siècle avec la fabrication de sièges d'avion, de réservoirs de carburant ou autres boîtiers électroniques à partir des fibres végétales renforçant une résine polymère. Avec l'avènement des fibres synthétiques moins sensibles à la température et à l'humidité, les fibres naturelles sont quasiment abandonnées. Aujourd'hui, le souci de dégager une image plus écologique et de réaliser des gains de masse et d'énergie conduit au renouveau de l'utilisation des fibres naturelles. Les constructeurs d'automobiles se sont engagé les premiers et suivi d'autres secteurs : transports, loisirs et bâtiments.

I.1 Fibre de verre de renforcement

Le verre est de nature fragile, donc sensible à la fissuration. En revanche, son élaboration sous forme de fibres de faible diamètre (compris entre 9µm et 24µm) lui confère une bonne ténacité [EHR00, NEC04]. Les fibres de verre sont élaborées à partir d'un verre filable, appelé verre textile. Ce dernier est composé de silice, d'alumine, de chaux, de magnésie, etc. Ces produits peu coûteux, associés à des procédés d'élaboration assez simples, confèrent aux fibres de verre un excellent rapport performances/prix. Selon la composition, de différents types de verres peuvent être obtenus. Les verres de types E, constituent presque la totalité du tonnage de verre textile produit actuellement [COM02].

En général, les fibres issues de la filière subissent un traitement d'ensimage. Ce traitement assure la cohésion des fibres entre elles, protège contre les risques de détérioration par la manipulation et l'abrasion. Enfin il sert aussi à les isoler de l'humidité et d'éviter la création de charges électrostatiques par frottement [DAN04].

Pour l'élaboration des composites, l'ensimage doit faciliter l'imprégnation des fibres par la résine : mouillabilité et qualité de l'adhésion verre/résine [PAR01, SAL97].

I.2 Présentation des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être classées en fonction de leurs origines : animales, végétales ou minérales.

Elles peuvent être subdivisées en trois groupes (**Fig.I.1.**) :

- fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok),
- fibres libériennes extraites de liber de plantes (lin, chanvre, jute, ramie),
- fibres extraites de feuilles (sisal, abaca), d'enveloppes de fruits (noix de coco)
- ou fibres dures extraites des tiges de plantes.

De nombreuses variétés de fibres provenant du liber (tige) sont utilisées aussi bien pour la confection d'étoffes raffinées que pour la fabrication de cordages. Outre le lin, extrait de la tige de chanvre, le jute et la ramie sont utilisés pour la fabrication de tissus plus grossiers, de cordes et de ficelles. Ces fibres sont les plus utilisées dans les composites polymères grâce à leur résistance mécanique élevée et des propriétés spécifiques.

Parmi les fibres provenant de graines, seuls le coton et le kapok ont une valeur commerciale. Le coton est la fibre la plus utilisée. Il se prête à une grande diversité d'applications, notamment dans la fabrication d'étoffes. En revanche, le kapok, ne peut être filé, convient au capitonnage et

au rembourrage. Il est très léger et flotte. Il est utilisé pour les gilets de sauvetage, même s'il est désormais largement remplacé par d'autres matériaux.

D'autres types de fibres végétales présentent une utilité limitée : cas des fibres extraites d'enveloppes de fruit (noix de coco).

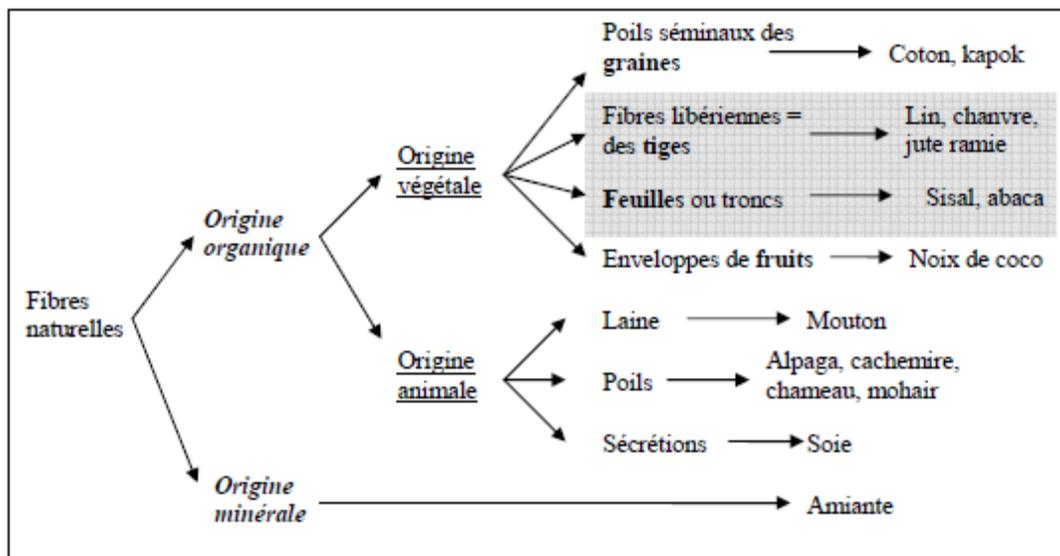


Figure.1.1 : Les différents types de fibres naturelles [BAL04]

1.3 Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients

Outre l'avantage direct de réduire l'impact négatif sur l'environnement au stade de la fabrication, un composite renforcé par des fibres naturelles contribue également au respect de l'environnement.

Les fibres naturelles sont étudiées en vue de leur utilisation comme renforts des plastiques et de tirer profit des atouts particuliers qu'offrent chacune d'elles.

Par comparaison avec les fibres de verre, elles offrent néanmoins des avantages certains tels que :

- faible densité,
- non abrasives par rapport aux fibres de verre (longévité de l'outillage)
- des propriétés spécifiques élevées,
- facilement recyclables,
- moins fragiles que les fibres synthétiques (mise en œuvre faciles courbures)
- biodégradables,
- large gamme de variétés disponibles et renouvelables à travers le monde,
- génération d'emplois dans le monde rural),
- faible consommation d'énergie,
- coût de revient limité,

Cependant, pour différentes applications, ces matériaux doivent être spécialement traités par rapport :

- à l'homogénéité des propriétés des fibres
- au degré de miniaturisation et le dégommeage
- au degré de polymérisation et de cristallinité
- à la bonne adhésion fibre/matrice
- à la résistance à la pénétration de l'humidité
- au comportement au feu.

1.4 Extraction des fibres végétales

L'extraction de fibres végétales est un procédé classique. Le filage des fibres nécessite des transformations : extraction et purification la matière première ou brute en une forme filable.

Vu la diversité des matières brutes, le procédé d'extraction diffère d'un type à l'autre.

Pour le coton, les fibres sont sous une forme plus ou moins filable. Certains traitements sont indispensables (élimination des graines etc...).

Par contre, d'autres types se récoltent sous forme de tiges. Donc l'extraction des fibres ultimes (filables) est nécessaire. Au cours de l'extraction, on élimine les liants comme les pectines et la lignine. Les fibres obtenues sont appelées les fibres ultimes.

Selon la nature et le domaine d'utilisation des fibres, de différents types de traitements sont proposés : mécaniques, chimiques et biologiques (bactéries et enzymes).

Les différentes techniques d'extraction sont :

- a) **Rouissage biologique** : c'est une méthode d'extraction traditionnelle. Le principe repose sur l'utilisation des bactéries de l'environnement pour dissoudre les extractibles. Certaines bactéries, telles que *Bacillus* et *Clostridium*, utilisées lors du rouissage à l'eau et certains champignons comme *Pusillus* et *Fusariuslaterium*, sont utilisées lors du rouissage à la rosée. Ces derniers se sont révélés très efficaces pour l'élimination des substances non cellulosiques des plantes et libérer la fibre [MUK72, HEN97]. Malgré le temps d'extraction relativement long, le rouissage atmosphérique fournit des fibres de qualité. On note que le contrôle de la qualité de la fibre n'est pas aisé.

- b) **Rouissage chimique** : Des solutions alcalines ou acides doux sont souvent utilisées pour le rouissage. L'introduction des enzymes accélère le processus de libération de la fibre. L'alcali le plus utilisé est la soude caustique. Les acides doux comme l'acide sulfurique et l'acide oxalique en combinaison avec un détergent sont aussi utilisés pour l'extraction des fibres. On note que la proportion des constituants de la solution de traitement détermine la qualité des fibres extraites.

A titre d'exemple, le procédé Kraft (angl. Kraft pulping ou sulfate process) est utilisé pour délignifier de la matière cellulosique comme le bois. C'est une cuisson chimique de 2 heures dans une solution aqueuse (NaOH) et de sulfure de sodium (Na₂S) à la température de 170°C à 175°C [CHA04]. Les anions d'hydroxyde (OH⁻) et sulfuryl (SH⁻) dégradent la lignine, l'hémicellulose et les pectines par dissolution.

-c) **Rouissage mécanique** : La séparation mécanique quant à elle utilise des machines à décortiquer : le vapocraquage, l'ammoniaque et le process Tilby. Cette dernière se révèle efficace

notamment dans l'extraction des fibres de canne à sucre, de maïs et d'autres plantes cellulosiques. L'avantage de ce process est de réaliser une extraction sans désintégration des constituants [COL98].

La **figure 1.2** résume la plupart des procédés de séparation des fibres utilisés de nos jours.

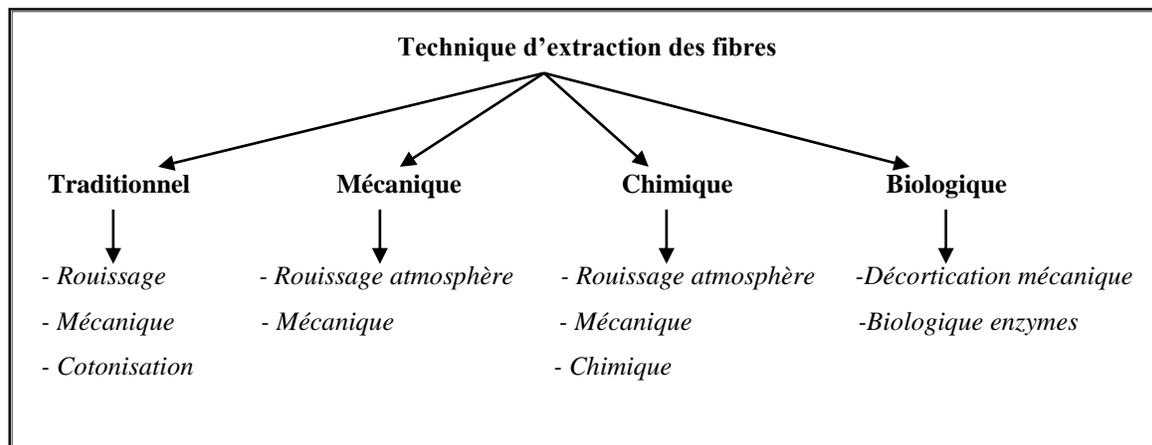


Figure I.2 : Diagramme des techniques d'extraction des fibres végétales. [BAL04]

1.5 Structure et morphologie des fibres lignocellulosiques

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 [BAT98]. Par contre le coton et le kapok ont chacun une unique cellule de base suffisamment longue pour être considéré comme fibre unicellulaire [KIR63].

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.3**). 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 [MUK72, HEN97].

En général, 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 [KIR63]. Le lumen justifie en grande partie la faible densité et l'isolation acoustique et thermique de la fibre. Les différentes couches qui forment la paroi cellulaire sont facilement décelables par microscopie optique (**Fig.I.3**).

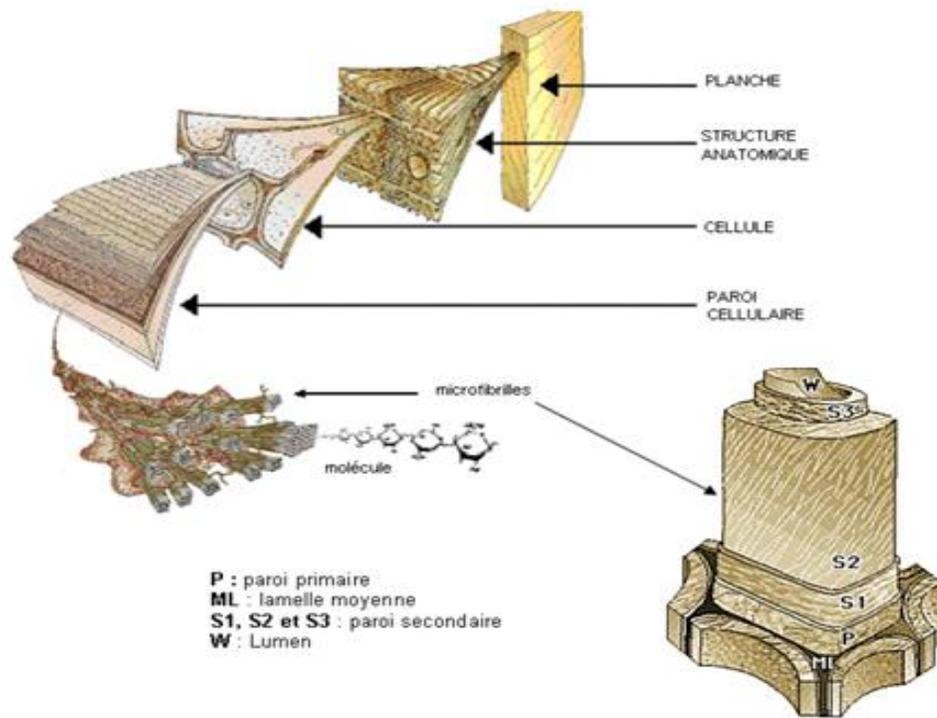


Figure 1.3 : Structure des fibres de bois d'après Harrington, [HAR98]

Puis, en allant de l'extérieur de la paroi cellulaire vers le lumen, on trouve la paroi primaire (P) très mince (0.03 à 0.1 μm) et la paroi secondaire (S). La paroi primaire est constituée d'une structure fibrillaire enrobée dans un mélange de lignine, de pectines et d'hémicelluloses. Et la paroi secondaire est composée de trois couches (S1, S2 et S3). (Fig I.4).

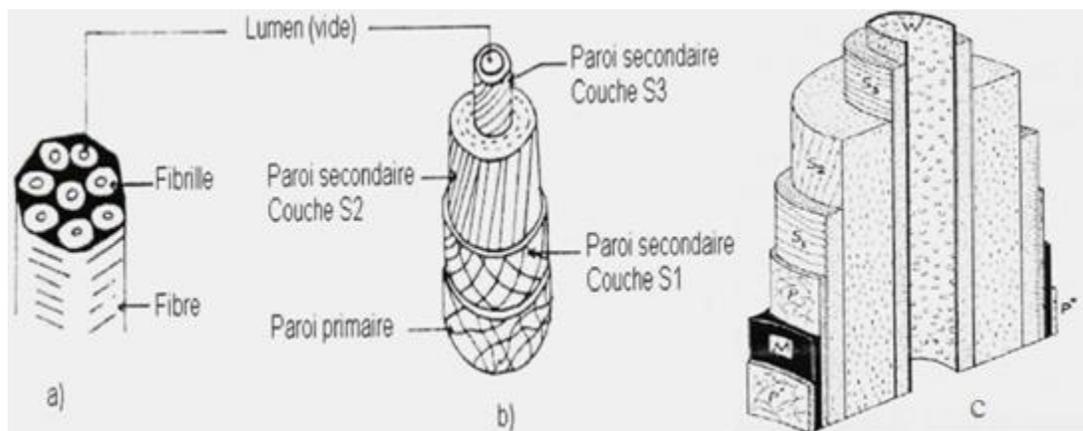


Figure 1.4.: Représentation schématique d'une: a) fibre; b) cellule; c) section de la cellule. [SIA95]

Chaque paroi cellulaire contient une matrice de lignine et d'hémicellulose, entourée par des microfibrilles 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. L'angle microfibrillaire dans les couches S1 et S3 est grand, cela veut dire que les fibrilles sont orientées presque transversalement par rapport à l'axe de fibre. Par

contre, l'angle microfibrillaire dans la couche S2 est petit, et ces fibrilles sont donc orientées plus parallèlement par rapport à l'axe de fibre. Cellulose atteint la concentration maximale dans la couche S2 qui constitue la partie la plus épaisse de la paroi cellulaire dans la fibre (occupant 76% de l'épaisseur de la paroi cellulaire) et domine les propriétés de fibres. [PER00]

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 microfibrilles (données par leur angle d'hélice). Les valeurs de ces paramètres structuraux varient selon les fibres (**Tab.1.1**), il en ira donc de même pour les traitements physicochimiques (mercerisage et acétylation par exemple) appliqués pour préparer les fibres au renforcement.

Fibre	Angle spiral (°)	Section (*10 ⁻² mm ²)	Longueur de cellule L (mm)	Ratio L/D (D : diamètre de cellule)
Jute	8.0	0.12	2.3	110
Flax	10.0	0.12	20.0	1687
Chanvre	6.2	0.06	23.0	960
Ramie	7.5	0.03	154	3500
Sisal	20.0	1.10	2.2	100
Coco	45.0	1.20	3.3	35

Tableau 1.1 : Paramètres structuraux de différentes fibres végétales

I.6 Composition chimique et caractérisation physico-chimique

La première classification chimique des substances constituant les espèces végétales se fait par leur masse molaire (**Fig.I.5**).

On trouve ainsi des substances de masse moléculaire élevée telles que la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Des substances de faibles masse molaire comme les substances organiques extractibles, et les inorganiques généralement classées comme cendre car leur dosage se fait par pyrolyse complète du bois

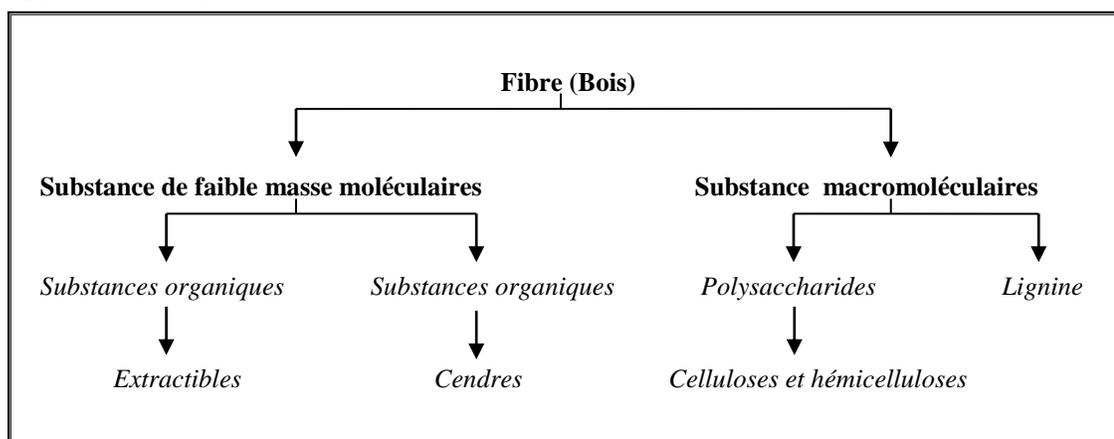


Figure I.5 : Classification chimique des composants du bois

Les substances macromoléculaires sont clairement majoritaires dans ces matériaux. La partie majoritaire correspond à la cellulose, avec environ 40-50 % ou parfois fois supérieure comme

dans le cas des linters de coton 80-85%, entre 10-30% de lignine et 20-30% d'hémicellulose. Ces deux dernières substances (hétéros polymères) présentent une grande variabilité en composition selon les différentes espèces (**Tab.I.2**).

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicelluloses (Pentoses) (%)	Pectine (%)	Cendres (%)	Silice (%)
Fibres de canne à						
Sucre	32-44	19-24	22(27-32)	-	1,5-5	9
Bambou	26-43	21-31	15(15-26)	-	1,7-5	
Fibres d'herbes						0,7
Alfa (Esparto)	33-38	17-19	27-32	-	6-8	-
Sabai	22	23,9	24	-	6	-
Fibres de roseaux	44,75	22,8	20	-	3	2
Fibres périlibérienne						-
Lin	43-47	21-23	16(24-26)	2.3	5	-
Kenaf	31-39	15-19	19(22-23)	-	2-5	-
Jute	45-53	21-26	15(18-21)	0.2	0,5-2	-
Chanvre	57- 77	3.7- 13	14- 22.4	0.9	0.8	-
Ramie	68.6- 91	0.6-0.7	5- 16.7	1.9	-	-
Coco	36-43	41-45	0,15-0,25	1.9	2,7-10,2	-
Fibres centrales						-
Kenaf	31-44	15-21	18-24	0.2	2-4	-
Jute	41	24	18-22	-	0,6-1	-
Fibres de feuilles						
Abaca (Manila)	60,8	8,8	20(15-17)	10	1,1	-
Sisal (agave)	43-56	7-9	12(21-24)	-	0,6-1	-
Henequen	77.6	13.1	4- 8	-	-	-
Ananas	70-82	5-12	18	-	0,7-0,9	-
Banane	60-65	5-10	6-8	-	4,7	-

Tableau. I.2 : Compositions chimiques de quelques fibres végétales. [JORDI]

1.5.1. La cellulose

La cellulose est la molécule organique la plus abondante sur la terre. Ce homopolymère naturel est le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux, notamment les plantes et les arbres. la teneur en cellulose constitue 15 % à 99 %. C'est une source de matière première utile à la production de biomatériaux [KLE02, GRA01, FRI02].

Les fibres de cellulose sont utilisées brutes pour la fabrication de la pâte à papier ou employées après transformation. Dans l'industrie, elles sont utilisées pour la fabrication de matières plastiques : acétate de cellulose, celluloid, cellophane, rhodoïd. Elles sont utilisées également pour la fabrication de fibres textiles artificielles : acétate de cellulose, viscose, lyocell, modal, rayonne. Les fibres de cellulose transformées sont également utilisées comme précurseurs pour la production de fibres de carbone.

Elles sont aussi utilisés dans :

- Les composites à matrice cimentaire en remplacement de l'amiante.
- Les composites à matrice organique en remplacement des fibres de verre (emballage, matériel de sport, etc.).
- Les matériaux de friction (freins), les nappes tramées pour pneumatiques.

a- Structure de la cellulose

La cellulose est un polysaccharide de la série des β -D-glucanes. Elle est constituée à plus de 95 % de glucose. Son motif répétitif est le cellobiose (**Fig.I.6**). Il est constitué de deux β -D-glucopyranoses liées entre elles par des liaisons covalentes. Le nombre de maillons de glucose (ou degré de polymérisation) varie suivant l'origine de la cellulose. [FIC11]

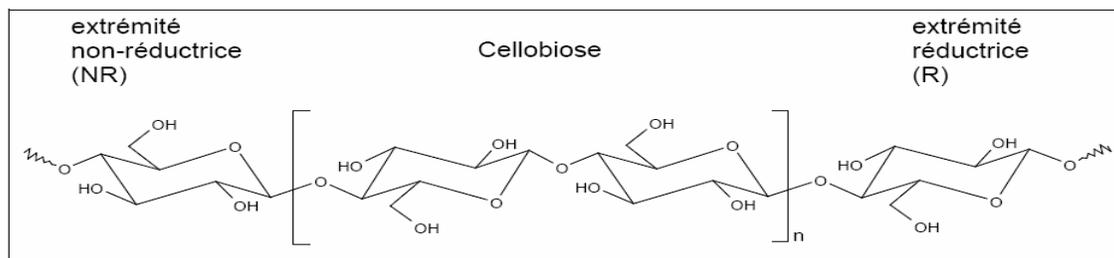


Figure I.6 : Représentation de la chaîne de cellulose. [ADL77]

La structure moléculaire de la cellulose détermine ses propriétés caractéristiques : hydrophilie, dégradabilité et réactivité chimique. Elle est également le siège d'un très grand nombre de liaisons hydrogènes qui lui confèrent une structure fibreuse partiellement cristalline. Les propriétés de la cellulose sont ainsi déterminées par son organisation supramoléculaire, cette dernière étant directement liée à l'organisation des microfibrilles (**Fig.1.7**).

Les macromolécules de cellulose sont susceptibles de former de multiples liaisons hydrogène intramoléculaires et intermoléculaires qui s'établissent d'une macromolécule à une autre, à partir des groupements hydroxyles. Ces liaisons hydrogènes lui confèrent une structure fibreuse partiellement cristalline.

Les chaînes de cellulose peuvent donc s'associer entre elles. Elles constituent des microfibrilles de taille variable. Certaines régions de ces dernières sont hautement ordonnées (zones cristallines) et d'autres le sont moins (zones amorphes).

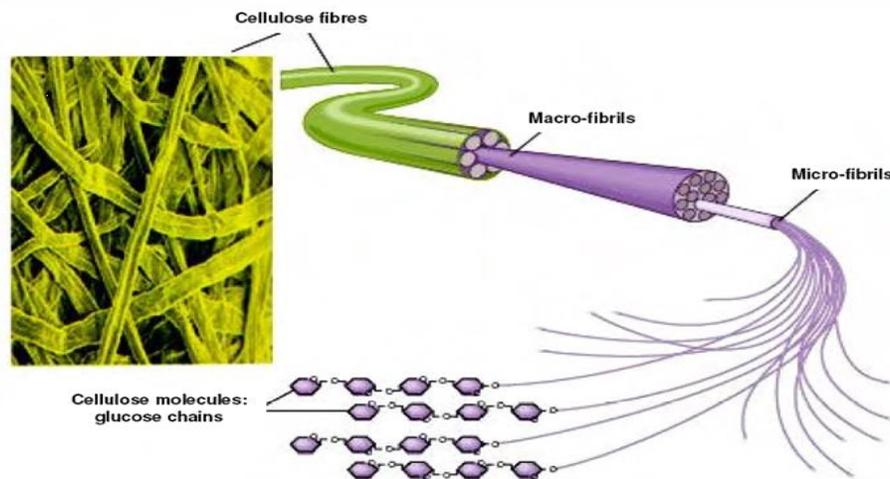


Figure. I.7 : Organisation supramoléculaire des microfibrilles.

Les fibres naturelles d'origine végétale sont biodégradables et recyclables. Elles sont constituées majoritairement de cellulose. Cette dernière :

- se dégrade dès 100 °C par dépolymérisation. Cependant, dans l'air, la cellulose pure est stable jusqu'à 300 °C, elle se consume à partir de 330 °C et s'embrase vers 380 °C. L'ajout de borate de sodium, de chlorure de sodium ou de phosphate de sodium permet de retarder cet embrasement [SAT02].

- insoluble à la fois dans les solvants organiques classiques et dans l'eau. Elle présente, également, une bonne résistance aux acides dilués, aux alcalins ainsi qu'aux huiles et graisses. Elle résiste à la corrosion, à la vermine et aux moisissures (notamment lors de l'ajout de sels boriques) [SAT02].

La dissolution de la cellulose s'effectue par des solvants, et notamment des solutions aqueuses très concentrées : d'acides (sulfurique, nitrique), de bases (potasse, hydrazine...), de sels (iodure de potassium) ou de N-méthylmorpholine-N-oxyde.

Polymorphisme de la cellulose

La cellulose cristalline se distingue par sa maille et vraisemblablement par la polarité des chaînes. Le **tableau I.3** rassemble l'ensemble des paramètres de maille cristalline de chacune des formes de cellulose.

Les interconversions entre les différentes formes cristallines sont obtenues par les traitements :

- (a) chimique comme l'ammoniac NH_3 liquide à -30°C par exemple (conversion I \rightarrow III ou II \rightarrow III) ou encore par mercerisation (conversion I \rightarrow II),
- (b) thermique par chauffage dans le glycérol à 206°C (conversion III \rightarrow IV).

Polymorphe	Axe a (Å)	Axe a (Å)	Axe a (Å)	γ (°)	Source
Cellulose I	7.85	8.17	10.34	96.4	[KRA93]
Cellulose II	9.05	8.00	10.38	116.8	[RAY01]
Cellulose III	4.48	7.85	10.31	105.1	[WAD01]
Cellulose IV	7.9	8.11	10.3	90	[KRA93]

Tableau I.3 : Paramètres des mailles cristallines des polymorphes de la cellulose

La cellulose II est la plus importante forme cristalline de la cellulose. Elle se prépare par mercerisation. C'est la précipitation de la cellulose I dans un milieu aqueux contenant de la soude (NaOH 17% à 20% m/v), suivie d'un lavage à l'eau. La structure cristalline de la cellulose II a une stabilité thermodynamique meilleur que celle de la cellulose I. Elle a une structure cristalline différente de celle de la cellulose I [SAR78]. Les plans des molécules de cellulose sont approximativement alignés dans la direction 10-15. Cependant, des avis divergent quant aux liaisons des chaînes dans la maille de la cellulose II. Cependant un modèle avec des liaisons hydrogènes sont seulement dans le plan 10-1 [BLA78].

La structure cristalline de la cellulose native (cellulose I) est décrite en 1937 par Meyer et Misch [MEY37]. C'est une maille monoclinique constituée de deux chaînes antiparallèles dont l'unité répétitive est le cellobiose (**Fig.I.8-a**). Certains auteurs proposent un modèle de cellulose I constitué d'une hélice de deux chaînes parallèles à l'axe (**Fig.I.8-b**). Il met en évidence deux liaisons hydrogènes intramoléculaires [KOL76, BLA78]. Les deux chaînes parallèles sont liées entre elles par deux liaisons hydrogènes intermoléculaires.

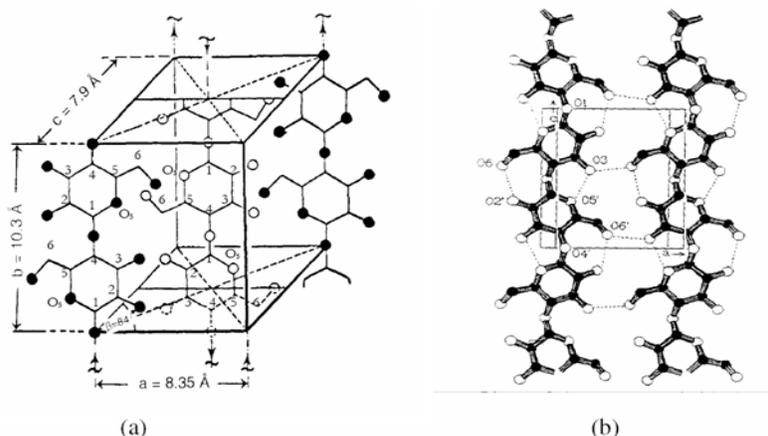


Figure I. 8. : Structure cristalline d'une maille de cellulose I d'après le modèle de :
a- Meyer-Misch, b- Kolpak et Blackwell [KOL76, BLA78]

La structure de la cellulose est constituée, en plus de sa partie cristalline, d'une zone amorphe (**Fig.I.9**). La porosité présente permet la pénétration, la diffusion des solvants et des réactifs à travers les fibres. Le taux de porosité influe sur les propriétés d'absorption des fibres. Il est à l'origine de la forte absorption de certaines fibres de cellulose à fort index de cristallinité [STA01, STR01, MWA02 et TAS02]

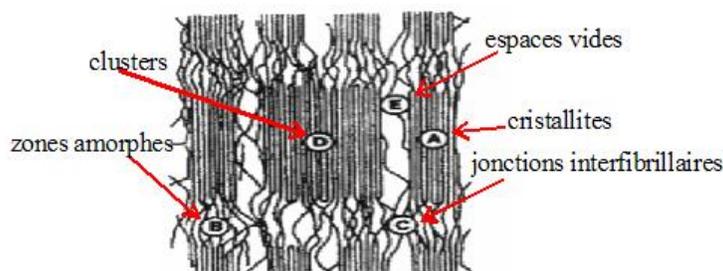


Figure I.9 : Structure fine des fibres de cellulose.

Les diffractogrammes aux rayons X de deux polymorphes de la cellulose (cellulose I et cellulose II) sont présentés par la **figure I.10**.

Les zones cristallines de la cellulose I sont constituées de mailles monocliniques ($a = 8,35 \text{ \AA}$; $b = 10,3 \text{ \AA}$; $c = 7,9 \text{ \AA}$; $\beta = 84^\circ$) correspondant aux pics $[1\bar{1}1]$, $[110]$, $[020]$ respectivement (**Fig. I.10-a**).

Après traitement à la soude concentrée à 18% (mercerisage), la cellulose I se transforme en cellulose II. Ce traitement induit un changement dans les liaisons hydrogènes. La cellulose II est d'un arrangement antiparallèle dans la maille cristalline monoclinique à deux chaînes. Cet arrangement proposé dans les années 70 [SAR74, KOL76, STI76], est confirmé récemment par les études de diffraction de neutrons [LAN99, NIS02]. Le polymorphe II est énergétiquement plus stable que le polymorphe I. C'est la raison pour laquelle la cellulose I se convertit en cellulose II et non pas l'inverse [SAR74].

La **figure I.10-b** montre les pics de diffraction du polymorphe de la cellulose II. Ces derniers se déplacent vers des angles supérieurs

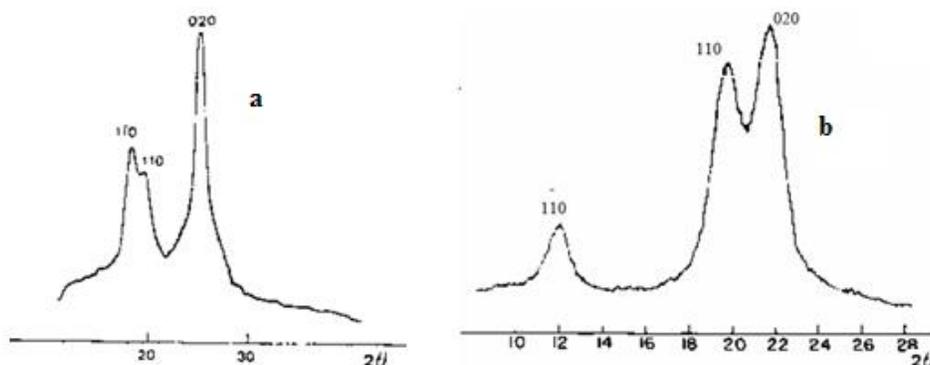


Figure I.10 : Diffractogrammes RX de deux polymorphes de la cellulose
a- cellulose I [CHA 83], b- cellulose II [NEL 64]

Le traitement de la cellulose par l'ammoniaque liquide conduit à la formation d'un polymorphe, de type cellulose III. Ce procédé est réversible. Si le matériau initial est la cellulose native, le polymorphe obtenu est la cellulose III₁ dont l'arrangement des chaînes est parallèle, tandis que le traitement de la cellulose II conduit au polymorphe cellulose III₂ avec un arrangement antiparallèle. La maille élémentaire contient une seule chaîne et son volume s'avère deux fois plus petites que celui du modèle proposé par A. Sarko. [SAR76]

Lors de la production de la cellulose régénérée à des températures élevées, une proportion de la cellulose IV apparaît. Cette dernière se présente sous deux formes : les celluloses IV₁ et IV₂.

Le polymorphisme et la morphologie de la cellulose précipitée à partir des solutions d'oxydes d'amine sous l'effet d'une diffusion de la vapeur d'eau dépendent de la température et du degré de polymérisation [QUE85]. En dessous de 50°C la cristallisation sous forme de cellulose II est favorisée quel que soit le DP de celle-ci. En revanche, la morphologie de la cellulose cristallisée dont le degré de polymérisation est faible (DP=34) apparaît sous forme de bâtonnets. Tandis que si le DP est égal à 2000, on a de longues fibrilles entremêlées. Pour des températures relativement élevées, il y a apparition de polymorphe IV₂.

Hormis la DRX, la détermination de la structure supramoléculaire de la cellulose peut s'effectuer par FTIR. Cette technique permet, par déconvolution des signaux et intégration des intensités des bandes à 750 d(O-H) et à 3240 n(O-H) cm⁻¹ et celles à 710 d(O-H) et à 3270 n(O-H) cm⁻¹, de déterminer les fractions relatives des allomorphes I_α et I_β de la cellulose [SAS00]. Les variations de l'ordre du réseau cristallin peuvent également être mesurées à partir des changements des vibrations caractéristiques des liaisons C-H et des liaisons C-OH de la chaîne de cellulose [FER77]. Le contrôle de la variation de l'ordre du réseau cristallin à partir du rapport des aires des pics à 1429 d(C-H) et à 894, et des pics à 1372 d(C-H) et 894, connu sous le nom de critère de R. O'connor [OCO58, NEL64] est confirmé par [EVA95].

1.6.2 L'Hémicellulose

Les hémicelluloses sont des copolymères d'oses. Les chaînes sont beaucoup plus courtes et ramifiées. Les unités oses sont constituées par des pentoses, des hexoses, des acides uroniques et désoxyoses.

Structure et composition de l'hémicellulose

La chaîne principale d'un polyose est constituée d'une seule unité (homopolymère), telle que celle des xylanes des Feuillus (**Fig.I.11-a**). Ce sont les hémicelluloses les plus abondants dans les Feuillus. Les unités xylose sont reliées entre elles par des liaisons b-1,4 glycosidiques. Les chaînes de xylanes sont liées, à intervalle irrégulier à des structures acides 4-O-méthylglucuroniques par des liaisons glycosidiques a-1,2. Les groupements OH portés par les carbones C2 et C3 peuvent être aussi substitués par des groupements O-acétyles. Les xylanes extraits des Feuillus présentent un rapport xylose : acide 4-O-méthylglucuronique de l'ordre de 10 :1. Le degré de polymérisation (DP) des xylanes varie selon les espèces, il peut atteindre chez les Feuillus, des valeurs allant de 100 à 200.

Par contre, les xylanes des Conifères ne portent pas de groupements acétyles sur la chaîne principale (**Fig.I.11-b**). On note cependant la présence d'unités arabinofuranoses liées à la chaîne xylane principale par des liaisons glycosidiques a-1,3. On note que les molécules des xylanes des Conifères sont plus courtes que celles des Feuillus. Ils ont un DP compris entre 70 à 130 [JOD94].

Marchessault et al. ont montré qu'en l'absence de groupements acétyles ou d'acides uroniques, les xylanes sont capables de cristalliser sous forme de cristaux de maille élémentaire hexagonale [MAR64]. D'autre part, la capacité des xylanes à former des liaisons hydrogènes entre eux ou à adsorber des molécules d'eau ou des métaux cationiques polyvalents. Ces caractéristiques sont fortement conditionnées par les groupements acétyles portés par les unités glucose et mannose de la chaîne principale [DUD02].

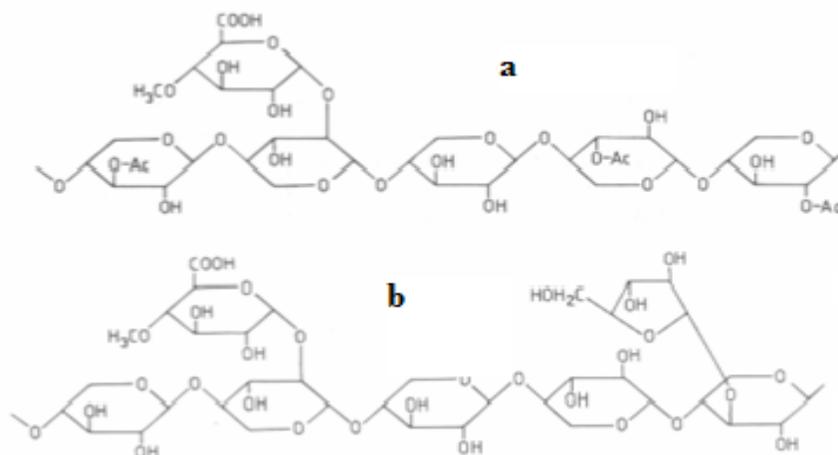


Figure 1.11 : Structure chimique d'un 4-O-méthylglucunoxylane chez les *a- feuillus, b- conifères*

D'autres hémicelluloses (glucomannanes) ont une chaîne principale constituée de plus d'une unité. Ce sont des hétéropolymères (**figure I.12**). Ils représentent la famille la plus abondante d'hémicelluloses des bois tendres. Le taux de mannanes représente 20 à 25% des hémicelluloses des bois de Conifères dont la chaîne principale des glucomannanes est un hétéropolymère constitué d'unités mannoses et de glucose (proportion 3:1). Elles sont liées entre elle par des liaisons glycosidiques b-1,4. Les unités glucoses et mannoses de la chaîne principale portent des

groupements acétyles, sur les unités glucose et sur les C2 et C3 des mannanes [JOD94]. Des résidus galactose sont attachés latéralement à la chaîne principale par des jonctions α -1,6. Le degré de polymérisation des glucomannanes des Feuillus est faible, il est compris entre 60-70 [JOD94].

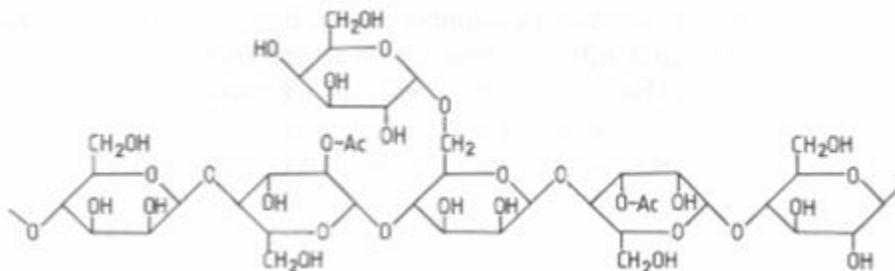


Figure. I.12 Structure chimique partielle d'un 4-O-acétylgalactoglucomanne chez les conifères.

La plupart des hémicelluloses sont des polymères amorphes. Ils peuvent, s'ils sont désacétylés ou dépourvus d'acides uroniques, adopter des formes cristallines hexagonales [MAR64].

La spectroscopie (FTIR) est généralement utilisée pour la caractérisation des hémicelluloses. Elle permet notamment de contrôler le degré d'acétylation de l'hémicelluloses à l'aide du pic à $1740 - 1717 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique des $\text{C}=\text{O}$ des acides carboxyliques et des esters des xylanes [HUL03].

Elle permet en outre l'analyse qualitative de la nature des oses constitutifs de la chaîne polymère. A partir des bandes à $808-807$ et à $760-774 \text{ cm}^{-1}$, il est possible de distinguer respectivement, la présence des glucomannanes et des xylanes [HUL03]. Par ailleurs, il est possible d'étudier les interactions hémicellulose-eau à l'aide de FTIR [OLS04].

I.6.3 Lignines

Les lignines représentent entre 15 et 35% de la masse sèche des matériaux lignocellulosiques. Ce sont les substances polyphénoliques les plus abondantes chez les végétaux [CHE91, SAR71]. Le degré d'enchevêtrement élevé de la lignine confère aux matériaux lignocellulosiques leur résistance mécanique. La lignine assure la jonction entre les cellules végétales. Les polymères de lignine ont pour base des unités phénylpropanes. Il s'agit d'un polymère poly phénolique formé à partir d'unités phénylpropane. Les principaux monomères sont les alcools coumarilique, synapilique et coniférylique. Ces unités sont unies par des liaisons aryl-alkyl-éther formant un réseau tridimensionnel. Vu l'hétérogénéité de la structure, il est extrêmement difficile de préciser totalement une structure donnée et qu'on propose donc plutôt des structures schématisées qui représentent une distribution moyenne des différentes unités phénylpropane et montrent en plus la présence de fonctions minoritaires ($\text{C}=\text{C}$, $\text{C}=\text{O}$, ...) [SJO81]. Un exemple de structure partielle de la molécule de lignine est schématisé par la **figure I.13** [SAK80].

On note que les lignines sont biosynthétisées par polymérisation enzymatique oxydative à partir de trois précurseurs, les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (**Fig.I.13-a, I-13-b et I-13-c**), respectivement. [SAR71, SAK80, HIG77]

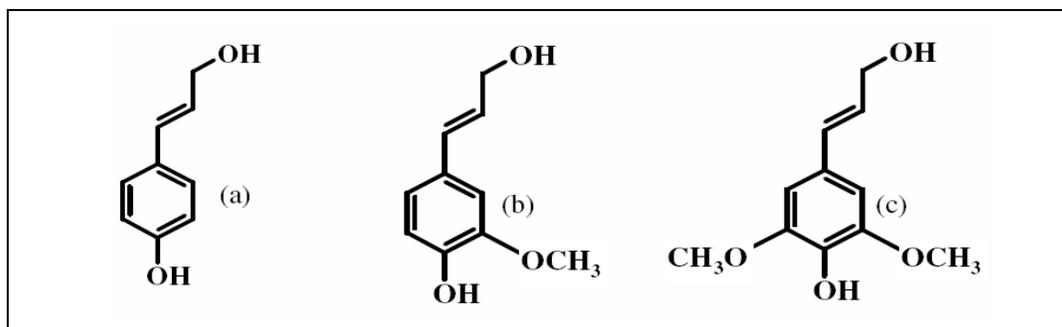


Figure. I.13 : Alcools Précurseurs de la biosynthèse de la lignine. **a-** coumarylique, **b-** coniférylique et **c-** sinapylique [SAK80].

L'abondance des trois monomères précurseurs de la biosynthèse de la lignine diffère selon l'origine des plantes. Leur répartition varie au sein des tissus et des parois cellulaires. Ils sont liés entre eux par des liaisons carbone-carbone telles les liaisons β -5, β -1, β - β , α - β et par des liaisons alkyles aryles éthers type α -O-4 et β -O-4 [ADL77]. Les polymères de lignine ont pour base des unités phénylpropanes. La nomenclature employée pour les carbones de ces unités est présentée par la figure I.14 [SAR71]

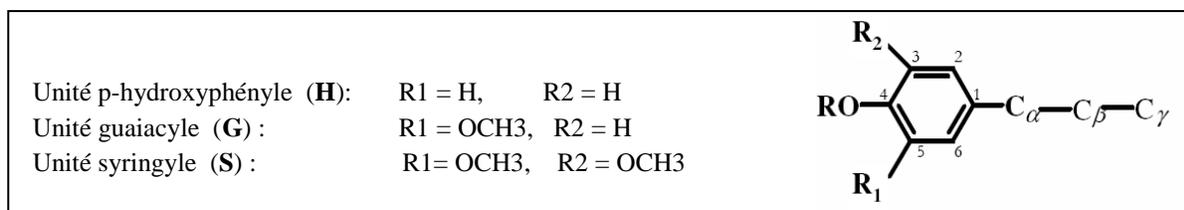
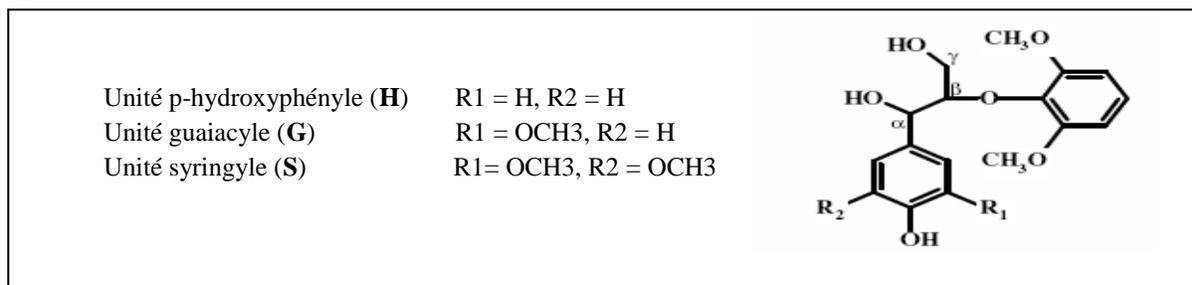


Figure I.14 : nomenclature employée pour les unités de liaisons C C de la lignine.

Les lignines sont dotées de fonctions hydroxyles (OH) : les OH phénoliques (OH phénol) et les OH aliphatiques (OH aliph). Elles possèdent également des doubles liaisons situées majoritairement sur le cycle benzénique. Les principaux sites réactionnels de la lignine sont représentés ci-dessous :



La détermination de la structure de la lignine s'effectue par deux méthodes : chimiques sèches et spectroscopiques.

La voie chimique sèche nécessite la dégradation préalable des lignines. A titre d'exemple, on utilise l'oxyde de cuivre (CuO) ou le permanganate de potassium (KMnO₄) [SAN96, MAR91]. L'identification et la séparation des unités syringyles, guaiacyles et p-hydroxyphényles, ou des structures condensées s'effectue par chromatographie. D'autres processus de dégradation oxydative de la lignine permettent de déterminer la proportion des unités S, G et p-

hydroxyphényles (H) et le degré de condensation [SIX04]. Le couplage de l'oxydation par le KMnO_4 aux réactions d'éthylation et de méthylation des lignines aide à déterminer, la proportion d'unités S et G porteurs de fonctions hydroxyles et de vérifier la présence de polyphénols [LAN99]. Les méthodes de thioacidolyse, utilisant des réactifs à base de soufre tel que le Na_2SO_4 figurent parmi les méthodes de détermination de la proportion d'unités S et G de la lignine. La thioacidolyse aide en outre à évaluer la proportion des liaisons b-O-4 de la lignine et la nature des liaisons C-C [QUE02, LAP88]. Le degré de condensation des lignines et la teneur en unités S et G peuvent être aussi mesurés par l'oxydation au nitrobenzène [SCA86]. Cette méthode présente cependant l'inconvénient de générer des sous-produits interférant avec les produits d'oxydation [MAR91].

I.7 Propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales

Les fibres végétales sont anisotropes. Le rapport entre la rigidité longitudinale et la rigidité transverse est d'environ 10 [BAL06, BOUD09].

Selon l'origine et le mode de fabrication, les fibres de cellulose ont un diamètre allant de 15 à 30 μm . Elles sont très rigides et sont considérées comme de bons isolants thermiques et acoustiques. Elles présentent également de bons adsorbants. La conformation spatiale de la cellulose détermine ses propriétés physiques et chimiques. Leurs principales caractéristiques physiques sont les suivantes : [EXP99]

Masse volumique	1.5 à 1.55 g/cm^3
Allongement à la rupture	20 à 40 %
Module de Young	3 à 36 GPa
Résistance à la traction	300 à 500 MPa
Ténacité	13 à 23 cN/tex ou (10^{-1}N/ tex)
Conductivité thermique	0.06 $\text{W.m}^3.\text{K}^{-1}$ à 23°C
Coefficient de dilatation thermique	80.10^{-4}K^{-1}

*Le **tex** est l'unité normalisée pour les fils de fibres (poids en grammes de 1000 m de fil)

En outre les propriétés des fibres et leur structure dépendent de plusieurs facteurs tels que le milieu de leur croissance (climat et âge des plantes). Le lavage mécanique de la fibre est un facteur important vis-à-vis de la structure et les propriétés). La nature hydrophile des fibres cellulosiques est néfaste pour leur utilisation comme renforts dans les plastiques. La teneur en humidité de la fibre dépend de la teneur en constituants non cristallins, de la porosité. Dans les conditions standards, elle et peut atteindre 10% (du poids total).

D'une manière générale, les **tableaux I.4.a, I.4.b** rassemblent certaines propriétés physico-chimiques et mécaniques de quelques fibres végétales :

Tableau - a :

Fibre	Cellulose % MS	Lignine % MS	Angle de spirale(°)	Humidité (%)
Chanvre	78	1	8	8
Ramie	74	4	6	11
Lin	71	2	10	10
Sisal	67	8	20	11
Jute	61	13	8	13
Coco	43	45	45	8

Tableau.- b:

Fibre	Densité g/cm ³	Module de traction(GPa)	Résistance en traction(MPa)	Allongement (%)
Paille de blé		4-13	1350-120	
Lin	1,5	28	345-1100	2,7-3,2
Jute	1,45	13-27	350-550	1,2-2,5
Chanvre	1,48	29-70	550-900	1,6-3,5
Ramie	1,5	20-70	550-900	1,6-4
Kénafe	1,47	6-8	1580	2,7
Abaca	1,35	20	900	3,5
Sisal	1,45	9-20	400-700	2-14
Hennequin	1,5	3-14	200-500	5-10
Banane		32	780	2
Coco	1,15	4-6	130-220	15-40
Coton	1,5	5-12	300-800	3-10
Kapok		19		19 1-2

Tableau. I.4. : propriétés de quelques fibres végétale : **a-** physicochimique, **b-** mécaniques [BAL04, BLE99, SUM10]

Les fibres libériennes issues du phloème (lin, ramie, chanvre et kénafe) sont les plus rigides et les plus résistantes. Les fibres dures plutôt lignocellulosiques (sisal, abaca et hennequin) ont un module de traction intermédiaire [KAR96]. Les fibres de paille de blé possèdent de plus faibles rigidité et de résistance en traction.

Le comportement mécanique en traction des fibres végétales est souvent non linéaire (**Fig I.15**). La courbe contrainte déformation est constituée de trois parties distinctes. La première correspond à la déformation élastique des parois cellulaires. La seconde moins raide, correspond à l'alignement progressif des microfibrilles et la réorganisation des parties amorphes. La troisième partie est la déformation des fibrilles alignées. On note que l'humidité (~8% pour des fibres de lin) joue un rôle de plastifiant. [BAL05]

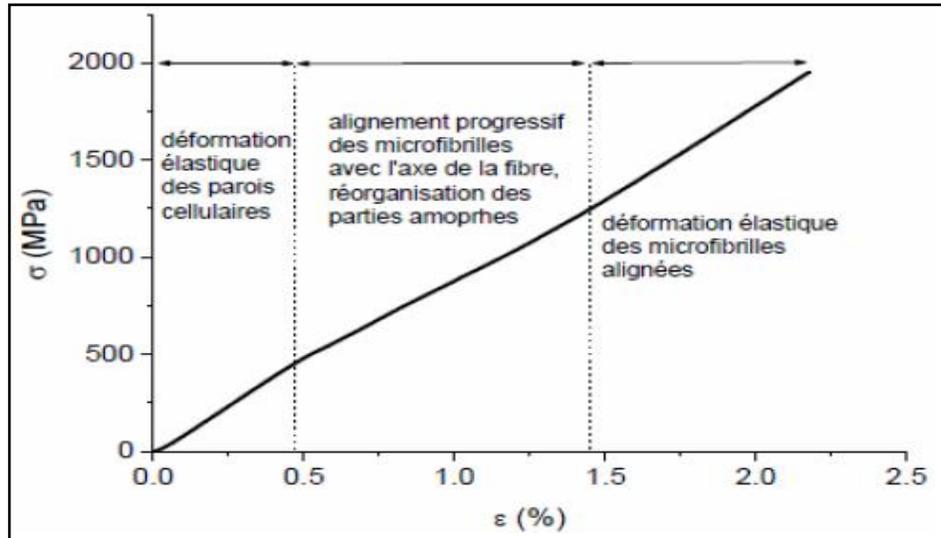


Figure I.15 : Comportement en traction monotone d'une fibre élémentaire lin, longueur utile 10 mm [KAN02]

Le tableau I.5 rassemble les caractéristiques mécaniques en traction de certaines fibres végétales ainsi que celles des fibres de verre E. Les dispersions sont relativement importantes. On note des différences pour les fibres de même nature. Cette dispersion est liée à l'origine, la variété, la présence ou non d'un lumen, les conditions de croissance et de récolte. En complément, la zone de prélèvement des fibres dans la tige peut aussi influencer les résultats [CHA07, CHA09, DUV10]. Lors de la phase d'extraction des fibres (teillage, peignage par exemple) des défauts peuvent être créés (endommagement de l'édifice fibrillaire des parois) ceci conduit à une perte de résistance [BAL04].

Variété	diamètre moyen des fibres	E (MPa)	σ (MPa)	ΔL (%)	Référence
Lin	17.8 (± 5.2)	58.6 (± 14.2)	1496 (± 325)	3.4 (± 1.0)	[BAL02]
Lin	13.6	71.0 (± 25)	1381 (± 419)	2.1 (± 0.8)	[CHA09]
Lin	15.4 (± 4.9)	55.3 (± 25.7)	934 (± 593)	2.0 (± 0.5)	[BOU10]
Chanvre	17,7 ($\pm 7,6$)	44,5 ($\pm 19,1$)	788 (± 307)	1,8 ($\pm 0,7$)	[BOU09]
Chanvre	17,1 ($\pm 4,5$)	19,6 ($\pm 14,8$)	482 (± 337)	3 ($\pm 1,5$)	[DUV10]
Ortie	19,9 ($\pm 4,4$)	87 (± 28)	1594 (± 640)	2,11 ($\pm 0,81$)	[BOD08]
Verre E	15-20	72	2200	3	

Tableau. I.5. : Propriétés mécaniques moyennes en traction de fibres végétales (lin, chanvre, ortie) caractérisées dans les mêmes conditions. [BAL04]

Par ailleurs, les propriétés mécaniques (module d'Young et la résistance à rupture) dépendent du diamètre de la fibre [LAM00, BAL02, DUV10]. JWS Hearle et al. mentionnent que ces propriétés peuvent être corrélées avec la teneur en cellulose et l'angle de spirale [HEA80]. Ils ont développé des modèles basés essentiellement sur ces deux paramètres structuraux pour le calcul du module d'Young des fibres. La teneur en cellulose et l'angle des microfibrilles sont les facteurs les plus importants gouvernant les propriétés mécaniques des fibres [MCL80]. En effet, Les fibres libériennes riches en cellulose, présentent de plus faible angle spirale. La richesse en cellulose

améliore les propriétés. Cependant, la qualité et les propriétés des fibres dépendent de nombreux autres facteurs tels que les dimensions, la maturité du végétal et le procédé de transformation des fibres.

L'étude de diverses fibres de lin, et d'ananas montre que la résistance à la traction des fibres de lin est fortement dépendante de la longueur des fibres comparées aux fibres de verre. Par contre, la résistance à la traction des fibres d'ananas est moins dépendante [Muk86]. Cependant, la dispersion observée pour ces deux types de fibres se situe dans un intervalle dont la largeur est de l'ordre de l'écart-type. Cette dépendance résistance / longueur pourrait être observée comme le degré d'homogénéité ou la quantité d'impuretés des fibres. La résistance à la traction est en outre dépendante du raffinage de la fibre.

1.7.1 Effet du traitement alcalin

Différents traitements sont proposés dans la bibliographie. Les fibres végétales brutes peuvent être immergées dans une solution aqueuse de soude (18% en poids) à 80°C pendant 30 minutes. Ce traitement permet d'éliminer 24% des substances pectiques [THI06]. En général, les fibres sont neutralisées à l'aide de l'eau distillée. L'utilisation d'une solution alcaline concentrée (4N) réduit la stabilité thermique des fibres [MWA99]. Le traitement des fibres de henequen révèle une modification de la surface des fibres [VAL99]. Il y a élimination partielle des lignines et d'autres constituants solubles en milieu alcalin et augmente le nombre de sites réactifs sur la surface de la fibre. De plus, la défibrillation favorise l'ancrage mécanique des fibres dans la matrice.

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles utilisées pour le renforcement des thermoplastiques et des thermodurcissables [KUM97, MWA99, RAY01]. Selon la norme ASTM D1965, Le mercerisage par une base forte provoque un gonflement important accompagnée de changements dans la structure fine, des dimensions, de la morphologie et des propriétés mécaniques. Ce traitement provoque la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine. [MAY08, SIQ10]

Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, élimine la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose. En effet, l'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible [MAY08][RAY01].

Après le traitement à la soude, beaucoup de groupes -OH demeurent à la surface des fibres. Ces derniers sont éliminés par un rinçage par l'acide acétique ou par les silanes.

La soude provoque un gonflement de la fibre, au cours de laquelle la structure cristalline se relaxe. La cellulose native peut être transformée en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques. Le type et la concentration d'alcalin (KOH, LiOH, NaOH) influent sur le degré de gonflement, et donc le degré de transformation en cellulose-II. Le diamètre de l'ion Na⁺ est favorable pour l'élargissement de l'espace entre les plans réticulaires et d'y pénétrer. Cela conduit à la formation d'un réseau Na-cellulose-I. Les espaces créés sont remplis de molécules d'eau. Dans cette structure, les groupes -OH de la cellulose sont convertis

en groupes $-O Na$, élargissant les dimensions des molécules. Des lavages ultérieurs à l'eau éliminent les liaisons Na^+ et conduisent à une nouvelle structure cristalline (la cellulose II) [MAY08]. Donc la soude permet une transformation complète de la cellulose I en cellulose II.

Albano et al [ALB01] ont incorporé 20% en poids de fibres de sisal dans une matrice polypropylène. Différents traitements des fibres avec un silane (vinyltris), un PPgAM et une solution alcaline sont réalisés. Les propriétés mécaniques obtenues des composites à base de polypropylène chargé avec des fibres traitées ou non sont comparées (Tab.I.6).

Fibre Sisal	E (GPa)	σ_t (MPa)	ϵ_R (%)	Résistance à l'impact ($J.m^{-1}$)
Brut	1.7	34	5.8	17
Traitée PPgAM	2.1	39	4.2	32
Traitée NaOH	2.3	45	4.7	43
Traitée Silane	2.0	39	4.9	37

Tableau I.6. : Comportement mécanique de composites à base de fibres de Sisal [ALB01]

A l'exception de l'allongement à la rupture, les traitements alcalins améliorent les propriétés mécaniques des composites. Notons que les composites à base de fibres de sisal traitées par la soude présentent les meilleures propriétés mécaniques. En effet, ces matériaux sont à la fois plus rigides et plus résistants à la rupture.

Le PPgAM est l'agent de pontage le plus utilisé et peut être ajouté directement pendant la mise en œuvre. Il apporte une réelle amélioration du comportement mécanique des composites polyoléfiniques - charge végétale. Un traitement de 3%, le PPgAM s'avère plus efficace que le silane [ROZ00]. Le traitement des fibres avec 2% de (3-(2-aminoéthyl) aminopropyl) triméthoxysilane et 5% de PPgAM dans une matrice polypropylène améliore la résistance à la rupture et diminue l'allongement au seuil d'écoulement [KAR97]. On note aussi que la résistance à la rupture en traction des composites est améliorée de 15% par couplage de deux traitements chimiques sur des fibres de hennequin. [VAL99]

I.7.2 Facteurs influents la caractérisation des fibres végétales

Lors de la caractérisation mécanique des fibres végétales, plusieurs facteurs peuvent influencer. Parmi ces facteurs on cite : la mesure de la section, la structure, l'humidité et la température.

a- influence de la section :

La mesure de la section des fibres végétales est très délicate et nécessite des techniques appropriées. Ces techniques sont parfois très difficiles à mettre en œuvre. Dans l'industrie, on définit le terme fil. Ce dernier tient compte de la section moyenne et la masse volumique, exprimé en deniers, [Duna 95]. Vu la non circularité de la section de la fibre de soie, de différentes méthodes de normalisation de la section sont proposées. La section est assimilée à une forme géométrique simple : circulaire ou triangulaire [[PER 98, Fed 03, PER 00].

b- effet de l'humidité et de la température :

La présence d'eau et la température de service influent grandement sur les propriétés mécaniques [DAM10]. On rapporte que :

- La rigidité diminuait avec le taux d'absorption d'eau. L'eau absorbée s'infiltré dans les pores et les régions amorphes des fibres. Cette absorption réduit la cohésion entre les micro-fibrilles et agit comme un plastifiant en transformant la matrice pectique en un gel presque fluide. En plus, l'humidité provoque la formation de champignons à la surface de la fibre après seulement 3 jours d'exposition.

-L'augmentation de la température altère les propriétés mécaniques des fibres. Cette augmentation conduit à l'évaporation de l'eau de la fibre entraînant la réduction de la cohésion de la structure. D'autre part les déformations thermiques, engendre des fissures et par conséquent des endommagements irréversibles.

1.6.3 Aspect statistique

Les propriétés mécaniques des fibres de végétales présentent une nette dispersion. Plusieurs causes sont à l'origine de cette dernière. La variété, le mode de culture et le climat influent notablement ses propriétés intrinsèques. Les traitements mécaniques infligés aux tiges après leur maturité contribuent aussi à cette dispersion. Donc, la rupture des fibres est en général provoquée par la présence aléatoire de défauts qui se traduit par une dispersion importante des contraintes de rupture. L'analyse statistique est indispensable pour le traitement des résultats des essais mécaniques. La résistance à la traction d'une fibre végétale est alors à l'évidence aléatoire et, la distribution statistique des résistances sera donc fonction de la longueur et de la section de la fibre donnant lieu respectivement à des effets d'échelle de longueur et de section (**cf. Annexe 1**).

Lorsque l'on s'intéresse à la distribution statistique des résistances en fonction de la section, la réponse est moins facile. La réponse à cette question dépend de la distribution statistique des résistances le long des fils.

Plusieurs tentatives de modélisation du processus de rupture des fibres sont proposées dans la bibliographie [DAN45, TOH93]. L'une de ces tentatives est l'étude statistique de la résistance des fibres individuelles ou des torons et les effets d'échelle de longueur. La seconde est l'analyse des concentrations de contraintes au voisinage de défauts.

1.8 Fibre diss (Ampelodesmos mauritanicus)

L'Ampelodesmos) est un monotypique genre d'herbe contenant la seule espèce. il est connu sous le nom commun Stramma , Mauritanie herbe , l'herbe corde et l'herbe diss. Le nom vient du grec ampelos, "vigne", et Desmos , "obligations", de son utilisation ancienne pour l'attache des vignes [WAT08]. Pour mauritanicus, on peut raisonnablement supposer qu'il est originaire de Mauritanie (Afrique). Le tableau I.6 regroupe la classification scientifique de la plante :

Genre	Espèce	Sous-famille	Famille	Ordre
Ampelodesmos	A .mauritanicus	Stipoideae	Poaceae	Poales

Tableau I.6 classification scientifique de la plante Diss. [WAT08]

La fibre Diss (Ampelodesmos mauritanicusn, est une herbe vivace. Il existe en abondance à l'état sauvage sur le pourtour du bassin méditerranéen et l'Asie occidentale et au sud-ouest de l'Amérique du Nord. Il est utilisé auparavant dans la réalisation des habitations anciennes en

raison de ses qualités mécaniques et hydriques et en tant que fibre pour la fabrication de tapis. Cette herbe pousse mieux dans des sols sableux, caillouteux ou argileux qui sont modérément humides. Sa hauteur peut atteindre 3 mètres environ (**Fig.I.16**). L'utilisation de cette herbe dans les composites permet de préserver les ressources non renouvelables et d'ouvrir de nouveaux marchés.



Figure. I.16. Herbe de Diss *Ampelodesmos mauritanicus*. [WIKAM]

Le Diss n'est pas pris suffisamment étudié. Il y a peu de références bibliographiques traitant cette herbe. Les fibres Diss présentent une surface rugueuse, à relief très irrégulier avec la présence d'épines ou de crochets (0.20mm de longueur). A l'intérieur, la fibre est constituée d'un certain nombre de cavités. Le traitement à l'eau bouillie n'affecte pas la structure extérieure de la fibre, puisque les épines restent intactes [MER08].

1.9 Fibre de Jute

Le jute est une plante herbacée de la famille des Malvacées, Il vient en deuxième position, après le coton, en termes de volume de production et d'utilisation. Le jute est très polyvalent. La plante mesure 3 à 4 mètres de haut (**Fig.I.17**). C'est une fibre libérienne, extraite des tiges de deux espèces végétales de la famille des Tilliacées : *Chorchorusolitorius* et *Chorchoruscapsularis*.



Figure. I.17 Plante de jute Typique **a**, **b** et **c** botte de fibres extraite de la tige de jute. [WIKJU]

La fibre de jute est constituée de 80 à 87 % de cellulose, le reste est de lignine. La longueur est de 1 à 5 mm et le diamètre est de 20 à 25 μm . Elle résulte de l'assemblage d'une dizaine ou

plus de fibres élémentaires à section polygonale avec une ouverture centrale. Ces fibres sont ensuite tressées ou filées pour former les brins (**Fig.I.18**).



Figure I.18 : Portion d'une section verticale de fibre de jute (a), amas de fibre (b), et brins tressé et filé (c) [INS87]

Les principales caractéristiques physiques des fibres de jute sont présentées dans le **tableau I.7**

CARACTERISTIQUES	
Longueur de la fibre [mm]	2.5
Masse volumique g/cm ³	1.48 – 1.50
Reprise en humidité (20°C – 65% HR) [%]	16 – 18
Taux de sorption d'eau [%]	25.4
Ténacité à sec [N.Tex ⁻¹]	0,3 – 0,6
Perte de Ténacité au mouillé (%)	Gain de 15 - 25
Résistance aux UV	moyen
Résistance aux micro-organismes	moyen

Tableau I.7. Principales caractéristiques physiques des fibres de jute [INS87]

La transformation des fibres jute en fil passe par différentes opérations:

- Ouverture du jute
- Ensimage : projection d'une émulsion d'huile dans l'eau sur le jute servant à humidifier les fibres et de permettre un meilleur glissement des fibres les unes sur les autres
- Obtention des fibres de longueur régulière par cardage.
- Parfaire le parallélisme des fibres par étirage.
- Filage et mise en forme en Rolls.

L'optimisation du processus d'ouverture de fibre est importante pour obtenir des fibres de bonnes propriétés mécaniques [BRO72, BOI05]. La variabilité génétique de la fibre de jute est liée à la nature même du jute [KOH02].

Le comportement mécanique de la fibre de jute est gouverné par : l'orientation de l'axe de sollicitation des fibrilles et le glissement de celles-ci les unes par rapport aux autres [KAW73, CHA98]. L'angle microfibrillaire du jute est influencé par le pourcentage de cellulose (61% à

71%) [HEA63]. Il est de l'ordre de 8° . Ce dernier influe sur le comportement mécanique du jute, plus l'angle microfibrillaire est faible, plus la rigidité et la résistance de la fibre sont élevées. L'allongement à rupture est d'autant plus important que si l'angle microfibrillaire est important [BRO72].

Plusieurs traitements de surface peuvent être effectués pour l'amélioration des caractéristiques mécaniques du jute [RAO81, MAS03]. Ces traitements modifient la morphologie et l'interphase [GAR00, PLA04]. Les traitements aux UV augmentent la résistance à la flexion de 58% [KHA02, MAS03, KHA06]. Le mode de rupture du renfort dans les stratifiés diffère grâce aux traitements des fibres. La rupture des fibres non traitées est nette, par contre, celle des traitées au silane est moins nette grâce à la cohésion des fibrilles (Fig.I.19).

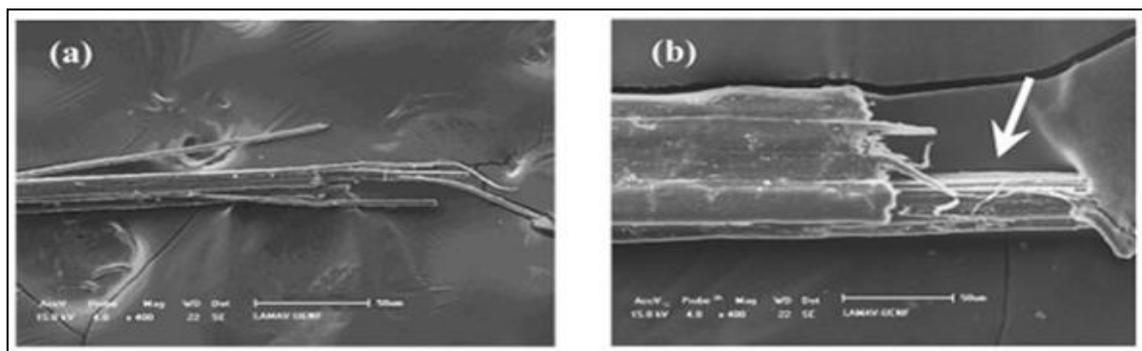


Figure I.19. Photo MEB d'une rupture à la traction d'une fibre jute (a) mince, $d=0.02\text{mm}$ et (b) épais, $d=0.02\text{mm}$ [HON08]

Le traitement à la soude (NaOH 1%, 4 heures) améliore la résistance de la fibre (Fig.I.20). Dans ce cas, l'hémicellulose et la lignine sont dissouts et la zone inter fibrillaire est moins dense et moins rigide. Ceci permet aux fibrilles de se réorganiser dans le sens de la traction. Lorsque les fibres sont étirées, de tels arrangements entre les fibrilles se traduiraient par un meilleur partage de la charge [LOA06].

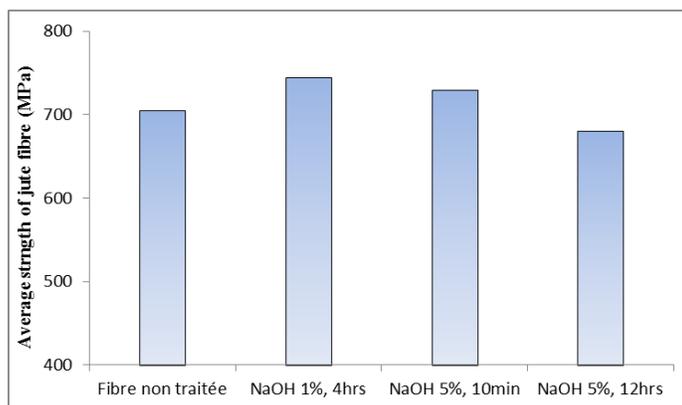


Figure I.20: Essai de traction sur des fibres de jute traitées avec différentes solutions de soude. [LOA06]

Dans le cas des renforts jute, les matrices les plus utilisées sont les thermoplastiques tels que le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS) le polychlorure de vinyle (PVC) et le polyester [DAV04, AJA07, TRE07, KEE04, SAB08].

Au cours de ces dernières décennies, l'utilisation des matériaux composites à matrice organique a connu un essor considérable. Comparativement aux métaux, les composites présentent de nombreux avantages: légèreté, résistance à la corrosion, résistance aux chocs... Les problématiques énergétiques constituent aujourd'hui une raison supplémentaire d'en faire des matériaux de choix en raison des gains de poids importants.

Les matériaux composites sont des matériaux réalisés à partir d'un ou de plusieurs constituants non miscibles.

La matrice a pour rôle principal de protéger le renfort fibreux, de maintenir la forme de la pièce et le transfert de charge entre les constituants.

Selon la nature organique de la matrice, les matériaux composites peuvent être classés en deux grandes familles : les thermoplastiques ou les thermodurcissables. Bien évidemment d'autres classifications sont faites sur la base de la nature du renfort ou son architecture.

II.1 Matériaux composites

II.1.1 La matrice

L'une des classifications des composites est la nature de la matrice utilisée. Dans le domaine de la mécanique, on distingue (**Fig. II.1**):

- Les composites à matrice organique qui constituent aujourd'hui la très grande majorité des composites industriels.
- Les composites à matrice céramique qui sont utilisés dans des applications de haute technicité pour des conditions extrêmes (haute température).
- Les composites à matrice métallique.

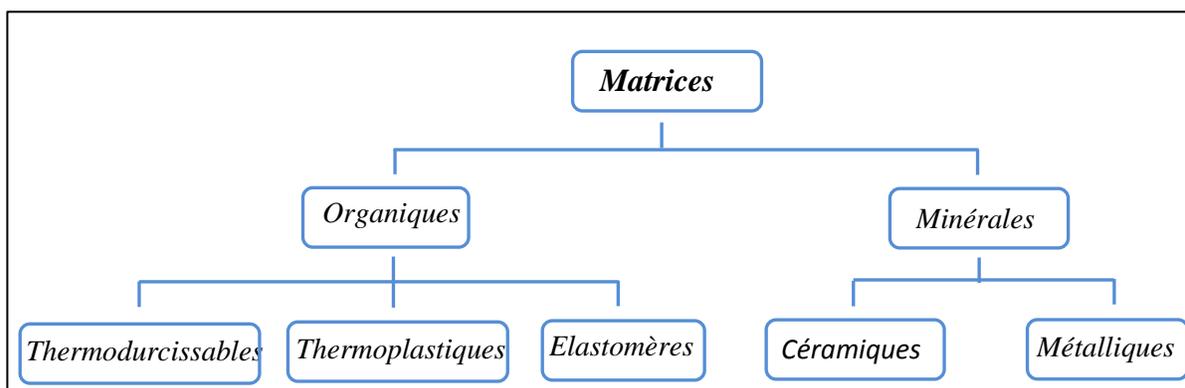


Figure. II.1 : Différents types de matrices utilisées dans les composites.

Dans ce qui suit, on s'intéresse plus particulièrement qu'aux matrices organiques «plastiques». Actuellement, deux types de résines plastiques sont utilisés. Ce sont les résines thermoplastiques (TP) et les résines thermodurcissables (TD).

Il est important de bien situer les différences fondamentales de ces deux types de matrices. La structure des TP se présente sous forme de chaînes linéaires. La transformation des TP est réversible. Les TD ont un réseau tridimensionnel qui se pont (double liaison de polymérisation) pour durcir en forme de façon définitive. La transformation est donc irréversible. Parmi les TD :

II.1.1.1 Polyesters insaturés :

C'est la résine la plus utilisée dans l'application des composites de grande diffusion. La résine de polyester insaturé est constituée d'un monomère (généralement le styrène). Elle est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxyde organique et d'un accélérateur. Elle passe successivement de l'état liquide visqueux initial à l'état de gel, puis à l'état de solide infusible. L'apport d'un amorceur radicalaire à la résine UP en présence d'un accélérateur, conduit à la formation de matériaux réticulés, infusibles et insolubles dans les solvants [EHR00]. La figure. II.2-a présente l'évolution de la température de la réaction exothermique de la résine UP. Le durcissement est d'autant plus rapide que la courbe de température en fonction du temps se rapproche davantage de la verticale (Fig. II.2-b.) La réaction de durcissement dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabriqué (épaisseur, etc.), de la nature et du dosage du système catalytique.

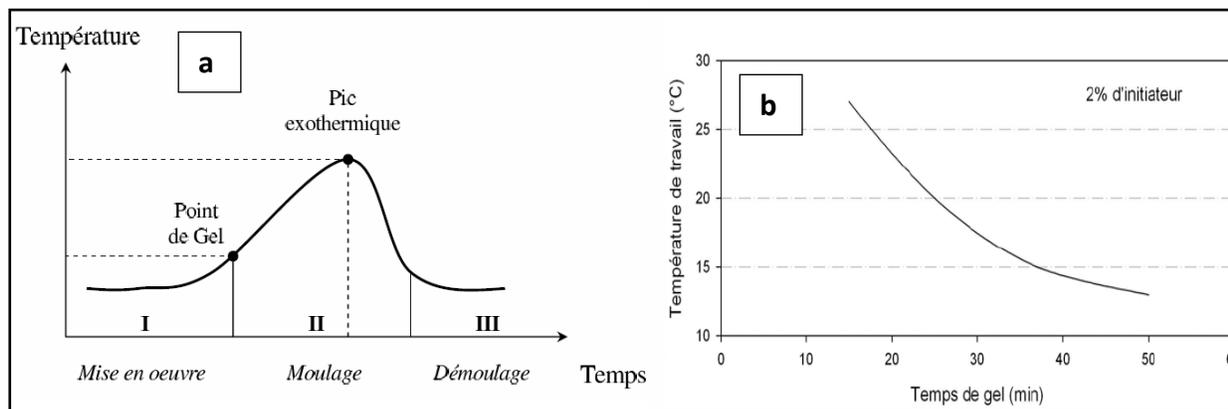


Figure II.2 : Cycle de polymérisation d'une résine polyester pré-accélérée insaturé (a) et temps de gel (b). [RAP93]

II.1.1.2 Propriétés des polyesters UP

La réticulation des résines polyester est une réaction complexe non homogène. Elle conduit au niveau microstructural à la formation de zones plus ou moins réticulées. Le taux de réticulation influence beaucoup les propriétés mécaniques des résines. [MOR89]

Du point de vue structure, les résines polyester comportent deux aspects chimiques: les fonctions ester hydrolysables et les ponts styréniques sensibles aux oxydants et aux solvants. Le Tableau II.1 regroupe les agents pour lesquels les résines sont résistantes et attaquées. Ils sont généralement protégés par une couche de gel-coat formulé spécialement pour résister à l'environnement marin.

Résistant	attaqués
- acides jusqu'à une concentration de 20% - sels - alcools - Hydrocarbures à températures ambiante	- alcalis (saponification) - acides réducteurs - acétones - solvants halogénés

Tableau. II.1 : Résistance chimique des résines polyester

a- Propriétés mécaniques des UP

Les résines polyester présentent de bonnes propriétés mécaniques. En revanche, leurs contrainte et allongement à rupture restent inférieurs à ceux des résines époxyde et vinylester (Tab. II.2).

Résine	Module d'Young (GPa)	Contrainte de rupture (MPa)	Allongement à rupture (%)
Polyester	3.0-4.0	40-50	1.5-2.2
Vinylester	2.5-3.0	60	3.0-4.0
Epoxy	2.7-3.1	50-60	2.05-4.0

Tableau II.2 : Propriétés mécaniques des principales résines de stratifications. [GAY97]

b- Relations propriétés/structure

En général, les performances d'une résine thermodurcissable dépend de sa formulation. Pour les polyesters à base de styrène, quatre facteurs sont essentiels:

- Nature des diacides et diols,
- Taux d'insaturation,
- Masse molaire du pré-polymère polyester
- Proportion relative prépolymère/monomère.

La viscosité peut être ajustée par l'apport de monomère (styrène) et/ou de charges minérales (thyxotropie).

Notons que la réaction de polymérisation d'une résine polyester est accompagnée d'un fort retrait. Il est de l'ordre de 5 à 10 % en volume. Ce retrait peut aussi engendrer des contraintes résiduelles non négligeables dans les pièces composites (compression radiale des fibres).

Le **tableau II.3** fait l'objet, de citation de certains avantages et inconvénients des résines UP.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Bonne accroche sur fibres de verre. - Translucidité. - Bonne résistance chimique. - Copolymérisation rapide par rapport aux Epoxydes. - Bonnes propriétés mécaniques et isolantes. - Mise en œuvre facile et peuvent être colorées. - Tenue en température (> 150 °C) - Prix réduit (surtout pour les polyesters). 	<ul style="list-style-type: none"> - Inflammabilité (sauf résines chlorées) - Tenue vapeur et eau bouillante - Retrait important (6 à 15 %) - Durée de conservation en pot limitée - Emission de styrène

Tableau II.3 : Caractéristiques des polyesters insaturés

Enfin, on note l'existence de plusieurs types polyesters UP : Orthophtalique, Isophtalique, Chlorée et Bisphénol.

II.1.2 Le renfort

La nature et le taux du renfort dans un composite est fonction du domaine d'application et du volume de pièces à réaliser. Les propriétés des composites sont intimement liées aux propriétés

de chacun de leurs composants, mais également à l'interface fibre-matrice. Les principaux matériaux de renforts sont résumés dans l'organigramme suivant : (Fig. II.3.)

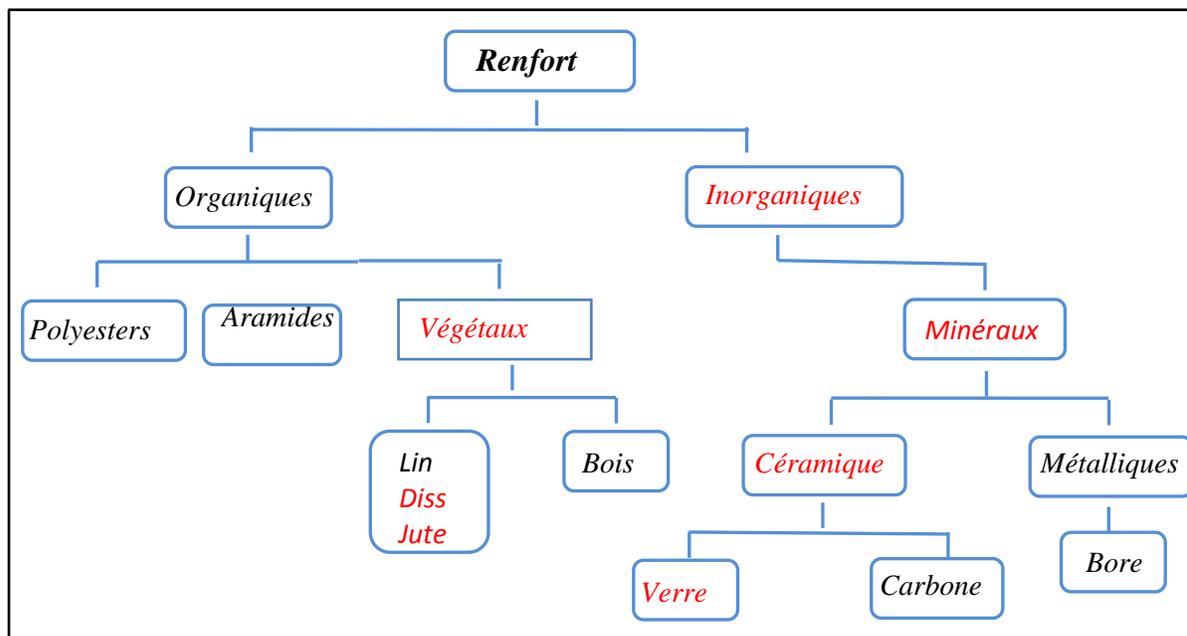


Figure II.3 : Principaux matériaux de renfort

II.1.2.1 Préparation des fibres

Dans ce qui suit, nous allons présenter les différents traitements des fibres végétales. La plupart des matrices organiques sont hydrophobes. Le caractère hydrophile des fibres végétales nécessite un traitement particulier pour assurer la compatibilité fibre-matrice. Donc une maîtrise rigoureuse de la qualité de l'interface est primordiale. Donc de diverses techniques sont employées pour optimiser l'adhésion fibre-matrice.

II.1.2.1.1 méthodes physiques

Les méthodes physiques telles que l'étirage, le calandrage, le traitement thermique et la fabrication des fils hybrides sont utilisés pour améliorer les liaisons mécaniques des fibres avec les matrices polymères.

La décharge électrique Corona ou plasma à froid, est l'une des méthodes les plus intéressantes pour l'oxydation et l'activation de la surface. Elle modifie l'énergie de surface des fibres cellulosiques [BEL94]. Dans le cas du bois cette dernière accroît le nombre de groupements aldéhydes [SAK93].

La décharge électrique est efficace pour des substrats de polymères non actifs comme le polystyrène, le polyéthylène, le polypropylène. Elle est utilisée avec succès sur des fibres cellulosiques pour réduire la viscosité à l'état fondu des composites cellulose / polyéthylène et pour l'amélioration de propriétés mécaniques [HAM92].

II. 1. 2.1.2 Méthodes chimiques

Les fibres cellulosiques sont fortement polaires et hydrophiles. Elles sont incompatibles avec les matrices polymères non polaires et hydrophobes (**Fig. II.4**). D'où la nécessité d'un traitement adéquat de la surface de la fibre. De nombreux agents de couplage sont utilisés dont on cite :

- couplage pour l'élimination des couches limites faibles,
- couplage pour la création d'une couche rugueuse flexible,
- couplage par inhibition pour le développement de région fortement réticulée à l'interphase avec un module intermédiaire
- l'amélioration de la mouillabilité des fibres (modification de la tension de surface),
- couplage par formation de liaisons covalente entre les deux constituants,
- couplage acido-basique par destruction de l'acidité de la surface du renfort.

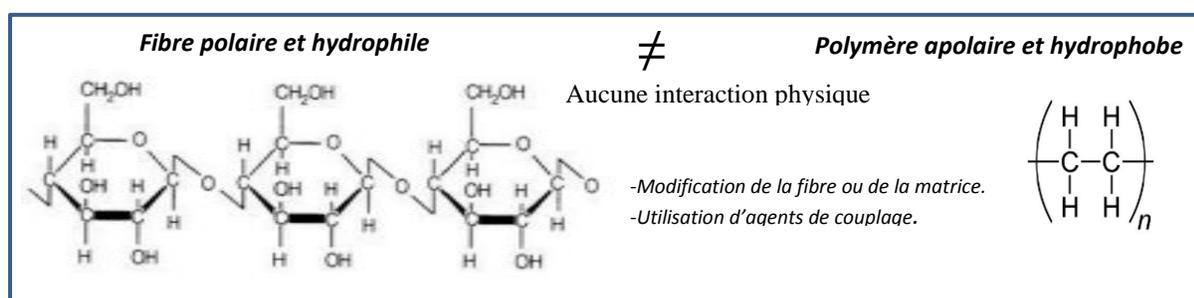


Figure II.4 : Comptabilisation des fibres végétales et matrice polymère. [ADD13]

On note que les objectifs recherchés et le domaine d'application escompté sont deux paramètres primordiaux pour le choix de l'agent de couplage. D'autres méthodes de traitement chimiques des fibres végétales sont rapportées dans la bibliographie. Ces dernières permettent de modifier la morphologie de l'interphase, la réaction acido-basique à l'interface, l'énergie de surface et la mouillabilité du renfort.

Le mercerisage : C'est une ancienne méthode de traitement à l'alcali des fibres cellulosiques. Elle est largement utilisée dans les textiles en coton. Elle dépend du type et de la concentration de la solution alcaline, la température, le type de traitement, la résistance du matériau ainsi que les additifs. Dans les conditions optimales de mercerisage, on améliore les propriétés de traction et les caractéristiques d'absorption qui sont importantes [NEV95, KRO90].

De nombreux travaux de recherches sont investis pour réduire le caractère hydrophile des fibres naturelles. L'acide stéarique rend les fibres de bois hydrophobes et améliore leur dispersion dans du polypropylène [RAJ90]. De même, le polyacétate de vinyle améliore les propriétés mécaniques des fibres de jute [SEM84].

a- Couplage par liaisons chimiques

La surface de la fibre est traitée avec un composé chimique servant de pont des liaisons chimiques entre les fibres et la matrice. Différents types de couplages chimiques sont utilisés:

- ***Couplage par composé chimique contenant des groupements méthanol***

Les groupements méthanol (-CH₂OH) forment des liaisons covalentes stables avec les fibres celluloses. Même les liaisons hydrogènes peuvent être formées. Le traitement de la cellulose par des composés contenant des groupements méthanol mélamine avant la mise en forme des composites cellulose/polyester (UP) diminue l'absorption d'humidité et accroît la force de mouillage du plastique renforcé. [BLE99]

- ***Couplage par composé chimique contenant des groupements hydroxyles***

Des composés chimiques peuvent être greffés avec succès aux groupements hydroxyles des parois cellulaires de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine. L'acétylation est l'une des méthodes utilisées. Il s'agit de l'introduction d'un groupement hydroxyle dans des combinaisons contenant les groupements OH-, SN-, ou NH₂. Dans certains cas, l'acétylation est accélérée par l'utilisation de catalyseurs.

Donc, le remplacement des groupements hydroxyles par des groupements acétyles dans les parois cellulaires permet de réduire l'hydrophilie. Plus la teneur en groupements hydroxyles est importante, plus le taux d'humidité à l'équilibre diminue. [BLE99]

II.1.2.3 Effet de l'alcalisation sur les propriétés mécaniques

L'alcalisation améliore les caractéristiques adhésives de la surface des fibres en éliminant les impuretés naturelles et artificielles [HAM94]. C'est un procédé suivant lequel une fibre végétale est soumise à une interaction dans une solution aqueuse d'une base relativement concentrée. Cette dernière provoque un gonflement important qui induit des changements dans la structure, les dimensions, la morphologie et les propriétés mécaniques (ASTM D1965).

Le traitement à l'alcali des fibres de jute a révélé que la dissolution de l'hémicellulose et de la lignine améliore les caractéristiques de traction des fibres. En effet, l'élimination de l'hémicellulose permet aux fibrilles de se réorienter facilement suivant la direction de la déformation de traction. Cette réorientation fibrilles permettrait une meilleure distribution de la charge. Par contre, le ramollissement de la matrice interfibrillaire affaiblit la capacité de la fibre à supporter des déformations de traction. De même le changement du taux de cristallinité est évoqué [VAR84, SRE96]. La longueur des cristallites, le degré de cristallinité et la dissolution des fractions de celluloses de faible degré de polymérisation sont des facteurs pour l'amélioration des propriétés mécaniques.

Des fibres celluloses, comme le lin, mieux orienté dans la chaîne moléculaire présentent un module d'Young supérieur à celui des fibres ayant une orientation moyenne (comme le coton). En plus de la modification d'orientation et la consolidation des points faibles, d'autres facteurs importants en rapport avec les propriétés mécaniques. [PRA83, CHA86]

II.1.2.4 Imprégnation des fibres

Les solutions polymères ou agents dispersants de faible viscosité sont utilisés pour une meilleure imprégnation des fibres.

II.2 Mise en œuvre des composites renforcés de fibres naturelles

De différentes techniques sont utilisées pour la mise en œuvre des composites à renfort végétale. Ces dernières incluent le moulage au contact, la pultrusion, l'enroulement filamentaire, l'extrusion, le moulage par injection, etc. Dans ce qui suit le procédé par moulage au contact sera détaillé.

Le moulage au contact consiste à déposer sur la forme à mouler une succession de couches ou plis composites (**Fig. III.5**). Les séquences d'empilement sont préalablement définies. Une première couche (gel-coat) est déposée pour protéger la pièce et facilite le démoulage. Ensuite, les plis (mats ou tissus) sont stratifiés et imprégnés à l'aide d'une résine liquide (polyester, époxy, ...). Un ébulage est indispensable pour le dégagement des bulles d'air.

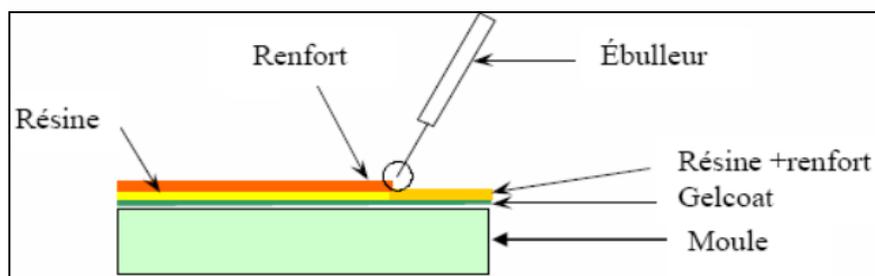


Figure II.5 : principe de moulage au contact.

Les principaux avantages de ce procédé en moule ouvert sont le faible coût de l'outillage, la facilité de mise en œuvre et la possibilité d'effectuer des structures de grandes dimensions.

Le moulage au contact comporte cependant un certain nombre d'inconvénients tels que : comme des cadences faibles, taux de renfort modeste, une répartition irrégulière des épaisseurs et une surface extérieure rugueuse.

II.3 Facteurs influençant les performances mécaniques des composites

Lors d'une sollicitation, les premiers endommagements décelés se développent à l'échelle microscopique lorsque l'effort localisé atteint la limite de rupture de l'un des. Avant la rupture finale, un nombre important de microfissures s'accumule dans le composite. Les paramètres, tels que la fraction volumique, l'orientation des fibres, l'épaisseur et l'emplacement entre fibres, jouent un rôle très important dans la propagation de l'endommagement.

II.3.1 Facteurs liés à l'incorporation de fibres courtes

L'association de fibres hydrophiles et d'une matrice de nature hydrophobe entraîne une difficulté de dispersion des fibres dans la matrice [SAN97]. En effet, même si le procédé de mise en œuvre favorise la dispersion (extrusion, mélangeur cinétique), les fibres restent agglomérées ou se regroupent par affinité. La formation d'agrégats est à éviter pour mettre en forme des composites avec des propriétés adaptées. En effet, la qualité d'un composite dépend du transfert de contrainte de la matrice vers les fibres, ce transfert est restreint si les fibres sont agglomérées.

Les facteurs majeurs liés aux fibres courtes et gouvernantes les propriétés mécaniques sont :

- l'humidité,

- la morphologie,
- le taux de renfort,
- l'adhérence fibre - matrice.

II.4.1.1 Influence de l'humidité

Le séchage des fibres avant renforcement est une opération importante car l'eau présente à la surface de la fibre agit comme un agent de détérioration de l'adhérence à l'interface fibre/matrice. Cet aspect est d'autant plus important que des vides ou pores naissent dans la matrice pendant la polymérisation. La plupart des résines thermodurcissables ont une température de polymérisation supérieure à 100 °C, celles des thermoplastiques se situent bien au-dessus de la température de vaporisation de l'eau. Les 2 phénomènes évoqués provoquent la diminution des propriétés mécaniques des plastiques renforcés de fibres naturelles.

Pour les composites jute/époxyde par exemple, la résistance à la traction des fibres préalablement séchées à 1% d'humidité augmente d'environ 10% comparée à celle des fibres faiblement séchées à 10% (poids) d'humidité. On peut signaler dans le même ordre d'idée, une augmentation d'environ 20% de la rigidité.

II.3.1.2 Influence de la porosité

La formation des pores ou de vides est inévitable lors de la fabrication des composites. Le taux de porosité dans les structures marines est généralement en-dessous de 5% [SMI90]. Des études ont montré que la résistance au cisaillement diminue avec l'accroissement du taux de porosité [BAL04].

II.3.1.3 Influence de la morphologie

L'interface fibre matrice joue un rôle primordial sur les propriétés de composites. De nombreuses recherches sont déployées pour l'établissement des agents coupleurs pour augmenter l'affinité entre la cellulose hydrophile et le polymère hydrophobe [GEO01]. La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres : la longueur des fibres, le diamètre, la présence de bûchettes, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres [VER04].

II.3.1.4 Influence du taux de renfort

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile et à une baisse de performances dans certains cas. Il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués avec un taux de fibres supérieur à 50-60%. Klason *et al.* [KLA93] ont observé, qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des fissurations.

L'étude de l'influence du taux de fibres de bambou dans une matrice polypropylène montre qu'au-delà de 50 %, les propriétés mécaniques chutent (**Tab II.4**).

Taux de charge %	Résistance à l'écoulement (MPa)	Résistance de traction (MPa)	Résistance à l'impact KJ.m ²
15	18	2.8	2.9
30	16	2.7	223.0
40	17	2.8	273.4
48	15	3.2	263.7
58	13	2.8	153.8

Tableau. II.4 : Influence du taux d'incorporation sur le comportement mécanique de composite polypropylène bambou [CHE98].

Les évolutions du module de traction et de résistance à l'impact sont présentées (**Fig II.6**). La rigidité augmente en fonction du taux de fibres. Lorsque le taux varie de 30 à 60%, la rigidité passe du simple au double. De même, la résistance à l'impact augmente de 70%.

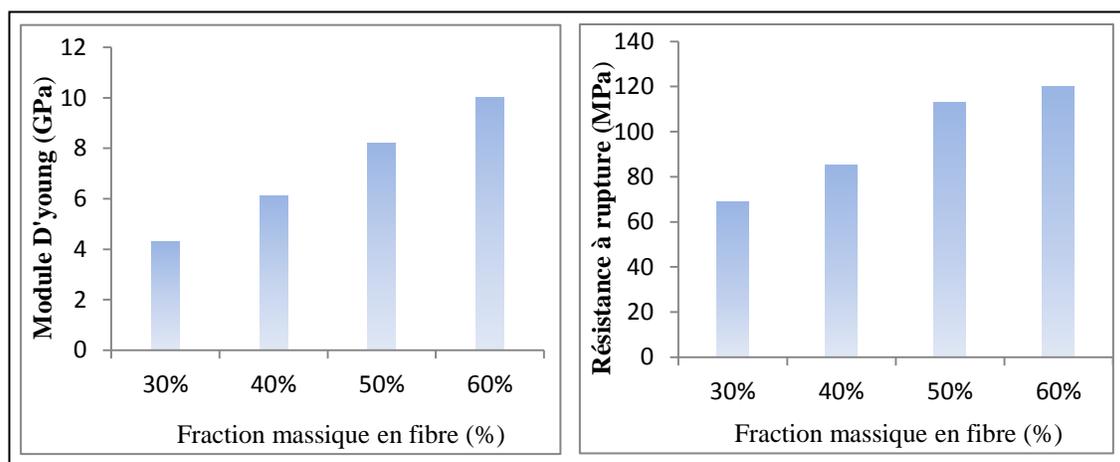


Figure II.6 : Influence du taux d'incorporation en fibres de jute sur le comportement mécanique [RAN98].

II.3.1.5 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort

La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène sans formation d'amas. Des études montrent que l'amélioration du processus de mélange permet une augmentation du module d'élasticité et de l'élongation à la rupture supérieure de 10% [KLA93].

II.3.2 Influence de l'origine végétale de la fibre

L'origine et la nature des fibres végétales sont directement responsables des propriétés mécaniques des composites. Le **tableau II.5** présente les propriétés mécaniques de composites à matrice de polypropylène (PP) possédant un fort indice de fluidité (80g/10 min.) avec 40% en poids de fibres d'origine végétale.

Fibre	Résistance à l'écoulement (MPa)	Module d'Young (GPa)	Résistance au choc KJ.m ²
Kénaif	28	6.9	14
Coco	11	1.3	22
Sisal	35	5.5	27
Chanvre	54	6.8	26
Jute	27	3.7	15

Tableau II.5 : Propriétés mécaniques de différents composites chargés avec 40% de fibres d'après [WAM03].

Les composites à base de chanvre sont à la fois les plus résistants et les plus rigides. Les fibres de coco conduisent à des composites peu rigides.

Le choix des fibres dépend des propriétés des composites recherchées et du domaine d'application. Pour une résistance à la traction ou à la flexion est nécessaire, le lin ou le jute peuvent être utilisées. Par contre, Pour un composite ayant une ténacité élevée, le henequen est le plus approprié [SAN97]. Les composites à base de kénaif sont faciles à mettre en œuvre avec des taux de charge élevés [FEN01]

II.4 Comportement mécanique des composites sous sollicitation dynamique

- Comportement au choc et impact des composites

En mécanique, les structures sont exposées à des sollicitations instantanées. Lors d'un choc, une partie très réduite de la structure supporte la force dans un intervalle de temps très court.

Les composites renforcés par des fibres sont anisotropes et non homogènes. Ces caractéristiques les rendent aux sollicitations localisées. La disparité de la rigidité combinée avec la faible résistance de la matrice, font que les matériaux composites soient sensibles au délaminage. De plus l'impact génère des contraintes de cisaillement qui affectent la sensibilité au délaminage des composites. [TRO11]

II.4.1 Paramètres d'essai d'impact

Le comportement à l'impact des composites dépend de la géométrie, de la masse, et de la vitesse de la de l'impacteur .

- Effet de la vitesse d'impact

Les premières études sur l'essai d'impact montrent qu'il y a deux types de réponses différentes de l'échantillon impacté.

Pour une vitesse moyenne de l'impacteur, la flexion de la plaque est localisée puis se propage sous forme d'une onde (**Fig.II.7-a**). Par contre, pour une vitesse basse, la flexion est structurelle (**Fig. II.7-b**).

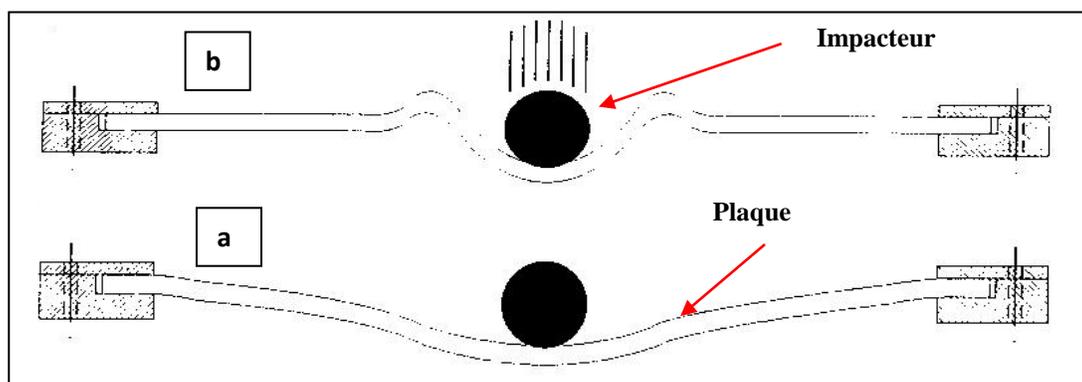


Figure II. 7 : Réponse à l'impact *a-* faible vitesse- *b-* moyenne vitesse. [CON89]

Cette interprétation reste insuffisante, car on ne peut identifier le type de cette influence. De plus Il faut définir si l'impact à faible énergie induit forcément de faibles vitesses d'impacts.

Certains auteurs ont défini l'impact faible vitesse comme un évènement pouvant être traité comme une sollicitation quasi-statique [SJO88, SHI85]. Selon la rigidité de l'éprouvette, de la masse et la rigidité de l'impacteur, la limite supérieure des basses vitesses peut varier de 1 à 10 ms^{-1} . La réponse dynamique, gouvernée par l'énergie de déformation de la structure, dépend fortement de la durée du contact.

Selon Cantwell et al. [CAN01]. L'impact à faible vitesse est celui d'une sollicitation dynamique d'une vitesse inférieure à 10 m.s^{-1} (Fig. II.8).

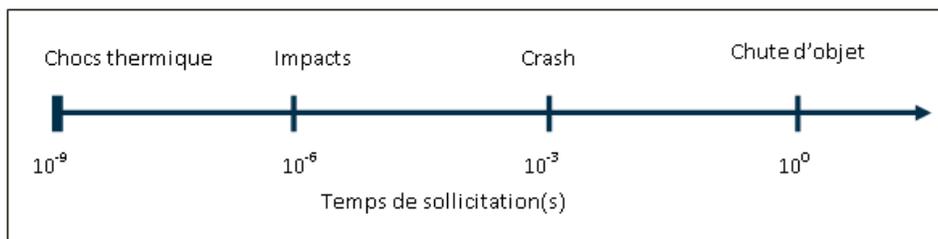


Figure II.8 : Classification des phénomènes dynamiques suivant le temps de sollicitation [DRA00]

Quant à Abrate, toute sollicitation dynamique inférieure à 100 m.s^{-1} est un impact à faible vitesse [ABR01]. Une autre approche basée sur l'endommagement interne de la structure est proposée [LIU87, JOS87]. Une sollicitation à haute vitesse est tout impact ayant une pénétration provoquant des ruptures de fibres. La sollicitation à faible vitesse conduit au délaminage et à la fissuration matricielle. Pour les impacts à faible énergie, la réponse mécanique des composites évolue suivant la vitesse de sollicitation ou le temps d'impact. Les phénomènes physiques prépondérants sont soit : les ondes de dilatation, ondes de flexion, ou une réponse quasi-statique (Fig. II.9)

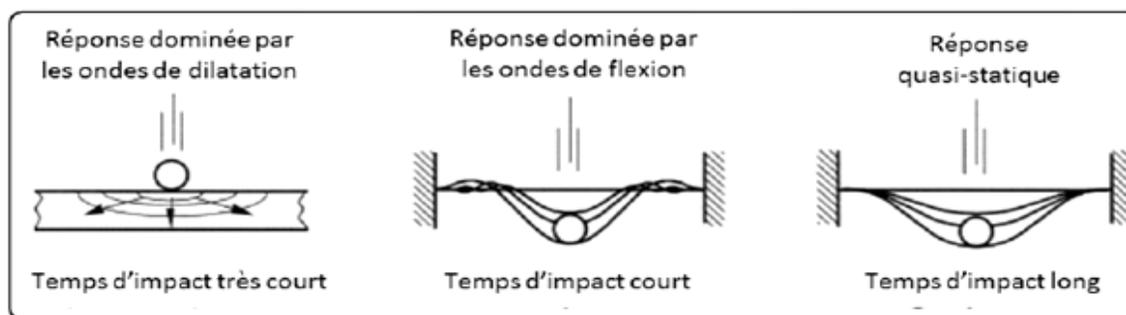


Figure II.9: Type de réponse selon la durée de l'impact [OLS00]

Cesari évalue la limite des impacts faible énergie en fonction de la sévérité de l'impact et de la limite en compression après impact. Il classe les défauts créés en fonction de l'énergie d'impact et fait apparaître la limite correspondant à la détectabilité du défaut par inspection visuelle (**Fig. II. 10**) [CES07]. Cette dernière diffère quantitativement d'un composite à un autre, mais elle est similaire en terme de défaut généré.

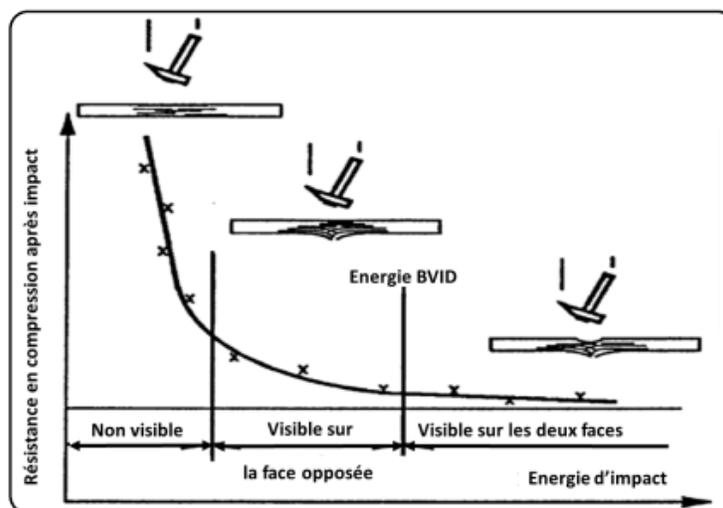


Figure II.10. : Sévérité de l'impact [CES07]

II.4.2 Mécanismes d'endommagement par impact

Quatre modes majeurs de dégradation peuvent être identifiés au cours d'un essai d'impact [GAR11]:

- la fissuration matricielle (échelle microscopique)
- le délaminage
- la rupture et le flambement des fibres.
- la pénétration et les écrasements associés

La **figure II.11** rassemble tous les mécanismes de dommage probables par impacts sur un composite. Les défauts internes, non décelables à l'œil nu peuvent conduire à des pertes significatives des propriétés du matériau. La présence éventuelle de ces défauts doit être prise en

compte pour le dimensionnement des structures, à travers des coefficients d'abattement des propriétés spécifiques.

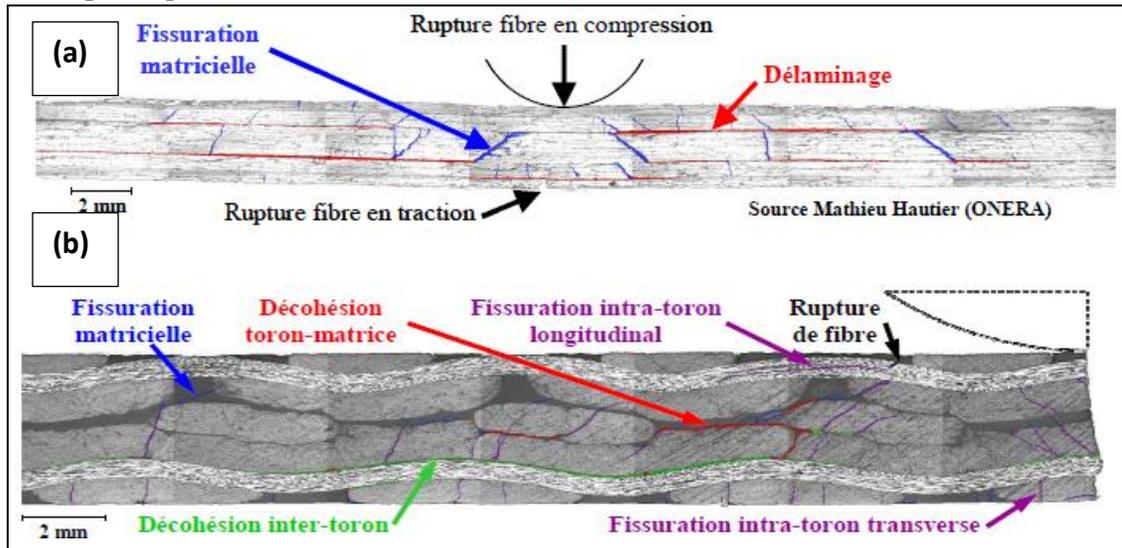


Figure II.11 : Faciès des dommages d'impact : a) composite tissé CMO, b) composite stratifié. [TRO11]

Les interactions entre les différents modes d'endommagement sont importantes dans la compréhension de l'initiation et de la propagation de l'endommagement [LIU87]. Dès lors, chacun de ces modes est développé dans le cas de l'impact faible énergie.

II.4.2.1. Endommagement matriciel

Lors d'un impact de faible énergie transverse, le premier endommagement se produit dans la matrice [RIC96]. Cet endommagement se traduit par de la fissuration matricielle et le décollement à l'interface fibre-matrice. Dans le cas des plis unidirectionnels, elle est souvent orientée dans le plan, et parallèlement aux fibres. [JOS87, JOS85]. Joshi et al [JOS85] étudient un empilement [0/90/0] impacté à une énergie inférieure à 5 Joules et déduisent que les fissures présentes dans le pli supérieur et dans le pli moyen apparaissent dès le début de l'essai. Ces fissurations de cisaillement sont dues à la répartition importante de la contrainte de cisaillement transverse dans tout le matériau : celle-ci est liée à la force et à la taille de la zone de contact [CHO91]. Un troisième type de fissure apparaît dans le dernier pli : les fissurations de flexion. Elles sont principalement verticales et induites par une forte contrainte de flexion [JIH93]. Chang et al. concluent qu'elles sont la combinaison de σ_{33} , σ_{11} et σ_{13} . Ils montrent que σ_{33} est très faible comparativement à σ_{11} et σ_{13} et ce, durant tout l'impact. [CHA93]

II.4.2.2. Délaminage

Le délaminage est la propagation de fissures les plis d'orientation différente [WUH88, CUI93]. Il est dû à la différence de module de flexion entre les plis de différentes orientations. Dans le cas de stratifiés (0/90°), il prend généralement la forme d'une ellipse dont l'axe principal est orienté suivant les fibres du pli inférieur [LIU87, JOS85, WUH88, CHA90, GUI93, WUE93]. Les contraintes induites par la flexion sont les principales causes de délaminage puisque dans la direction des fibres, la flexion est concave alors que dans la direction transverse, elle est convexe.

Dans le cas des plaques impactées, l'énergie élastique de déformation au niveau des délaminages, est donnée par l'expression suivante [DOR88]:

$$E = \frac{2\tau^2 wL^3}{9E_f t} \quad \text{II.1}$$

$\sigma_{\square\square}$ est la contrainte admissible en cisaillement interlaminaire. W et t sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette. E_f est le module de flexion et L est la distance entre les appuis du montage d'impact.

L'augmentation de la taille des délaminations est fonction de l'énergie incidente, du nombre de plis et de la différence d'angle d'orientation entre les différentes séquences d'empilement [BOU00].

II.4.2.3 Rupture des fibres

La rupture des fibres se produit après la fissuration matricielle. Cette rupture apparaît sur la face opposée de l'impact. L'énergie nécessaire provoquant la rupture des fibres est [DOR88] :

$$E_{\text{fibre fracture}} = \frac{\sigma^2 w t L}{18E_f} \quad \text{II.2}$$

σ est la contrainte admissible en flexion de l'éprouvette.

II.4.3. Forme de la zone endommagée par impact

La zone endommagée peut se présenter sous deux formes caractéristiques : conique ou hélicoïdale (Fig. II.12-a et II.12-b) respectivement.

Le cône d'endommagement se situe sous l'indentation résiduelle et se propage jusqu'à la face opposée de l'éprouvette. Il tient compte de l'ensemble des endommagements provoqués par l'impact [KAM09, GUI00]. Trois types d'informations sont importantes : la zone délaminée, la zone endommagée et l'empreinte de l'impacteur. L'endommagement en double hélice caractérise la zone délaminée dans des stratifiées 0/90°. L'hélice est de plus en plus importante dans l'épaisseur de l'éprouvette (face impactée vers face opposée à l'impact).

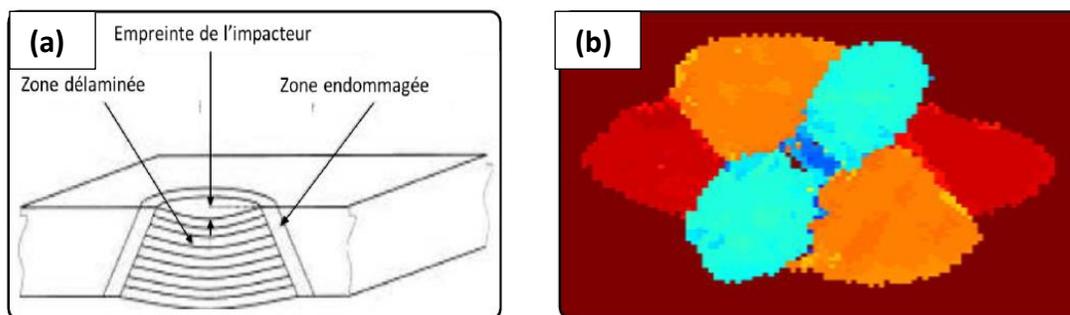


Figure II.12 : Schématisation du Cône d'endommagement(a) et endommagement double hélice (b) [KAM09]

II.4.4 Les paramètres influençant la réponse à l'impact

La réponse des structures composites à l'impact dépend de :

- l'impacteur,

- la structure impactée,
- le matériau et le processus de fabrication.

II.4.4.1 Influence de la forme de l'impacteur

La force de contact dépend de la taille et de la forme de l'impacteur [HIN95]. Elle est déterminée par la dissociation de l'énergie cinétique en énergie élastique et énergie de contact hertzien. Les essais sur plaques courbes montrent que le rayon de courbure n'influe pas sur la force de contact mais modifie les caractéristiques mécaniques résiduelles après impact [AMB98]. Mitrevski et al. montrent que l'énergie absorbée est d'autant plus importante que l'indentation est importante [MIT05, MIT06].

II. 4.4. 2 Influence de la Séquence d'empilement

La séquence d'empilement modifie la forme et la taille de la zone endommagée pour un impact à énergie équivalente. De plus, la séquence d'empilement influe sur la rigidité de la plaque avant et après impact [HIT05]. Les angles d'orientation des plis et le changement de la séquence d'empilement modifient le comportement à l'impact des composites [FUO98].

II.4.4.3 Influence de l'épaisseur de la plaque

Des études montrent qu'un impact de faible énergie influe grandement sur la diminution de la rigidité en flexion pour les stratifiés fins [TAI99, CAP99]. Les composites les plus épais sont plus fiables en fatigue.

II.4.4.4 Influence des propriétés des fibres et des résines

Des essais de Compression après Impact ont montré que la dureté de la résine agit sur le comportement à l'impact. L'utilisation des résines therm durcissables avec des particules thermoplastiques intégrées ou avec des films thermoplastiques aux interfaces confère un meilleur comportement à l'impact [CAP09, DUA99, KIS04].

II.5 Endommagement par fatigue des composites

L'endommagement par fatigue se produit sous des contraintes bien inférieures à la limite élastique (0,3 à 0,4 de la contrainte ultime σ^{UTS}). Dans les composites, l'endommagement résulte de l'apparition d'un ou de plusieurs mécanismes. La dégradation est liée à l'évolution progressive des propriétés initiales. Il est alors indispensable de comprendre les mécanismes de rupture initiaux puis à leur progression en fonction du temps.

La durée de vie d'un composite se quantifie par le nombre de cycles à la rupture N_f . La **figure II .13** présente le diagramme contrainte-nombre de cycles dite courbe de Wöhler [RABTE].

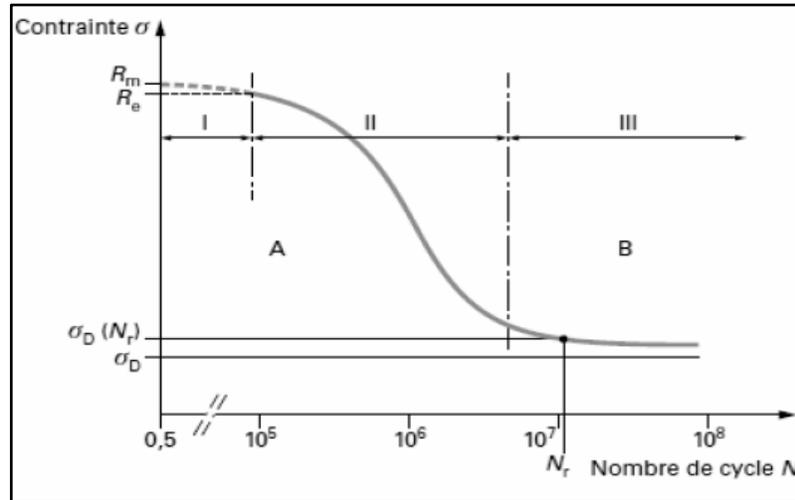


Figure II.13 : Courbe schématique de la fatigue et définition des domaines d'endurance [RABTE].

La limite de fatigue ou limite d'endurance (σ_D) correspond à la contrainte pour laquelle la rupture devient après un nombre de cycles supérieur à la durée de vie envisagée pour la pièce.

II.5.1 Evolution du module apparent en fatigue

L'endommagement des composites sollicités en fatigue se caractérise notamment par une perte de module apparent. La **figure II.14** présente l'évolution du module en fonction du nombre de cycles pour des tissus de verre sollicités en traction [FUJ94, DEY98, PAN01]. La courbe est constituée de trois phases distinctes. La première phase est brève et correspond à une diminution rapide du module. Cette chute rapide de module est due à l'initiation et l'accumulation de fissures dans la matrice et dans les mèches orientées transversalement par rapport à la sollicitation de traction. C'est un comportement similaire à celui habituellement observé dans les matériaux orthotropes. La deuxième phase est assez longue où le module chute très lentement. Cette diminution graduelle du module est attribuée aux méta-délaminages. A partir d'observations expérimentales, il est mis en évidence que le pas d'ondulation du tissu associé au type d'armure, contribue aux méta-délaminages.

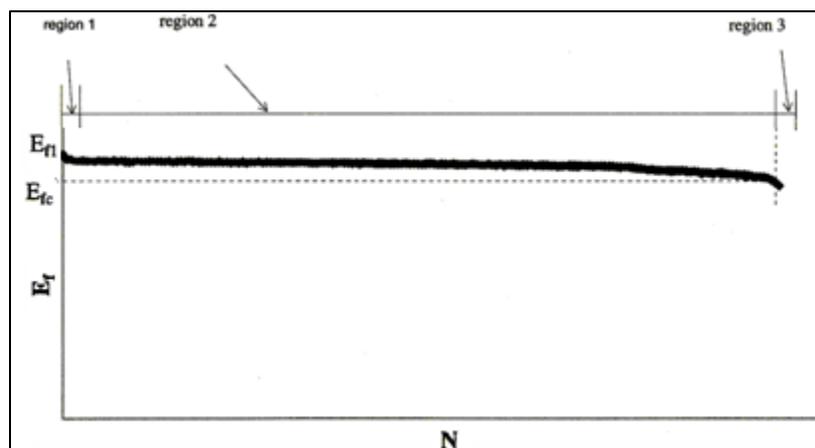


Figure II.14 : Evolution caractéristique du module en fatigue de stratifiés [0/90]n [DEM97]

Dans la troisième phase, il y a arrachement des fibres et délaminages avant la rupture finale des fibres. Le module critique de fatigue E_{fc} correspond au module mesuré juste au début de la troisième phase (Fig. II.15).

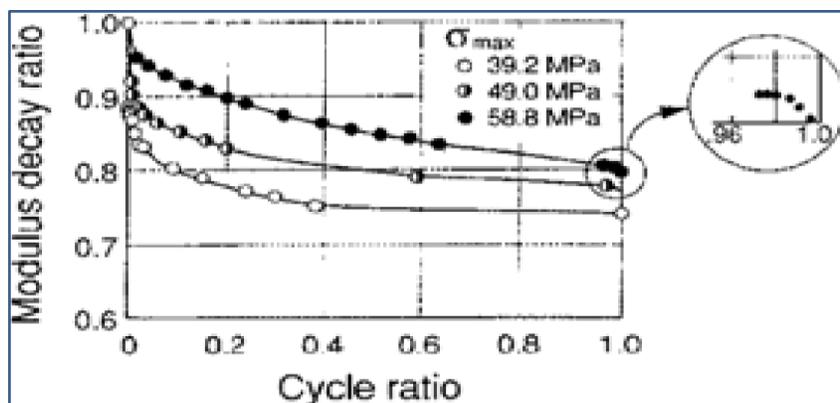


Figure II. 15 : Evolution du module en fatigue pour différents niveaux de chargement [Fujii93]

La diminution du module est liée au niveau de sollicitation du cycle de fatigue. Plus le module est élevé plus la cinétique d'endommagement est accélérée. La valeur asymptotique du module en fatigue semble indépendante du niveau de chargement du stratifié. L'endommagement matriciel des tissus sature au bout d'un certain temps avant que n'intervienne la rupture des fibres.

Des travaux sur des stratifiés $[0]_8$ tissés à base de fibres de carbone et de résine époxy sollicités en fatigue, le confirment également [DIN95] (Fig. II.16).

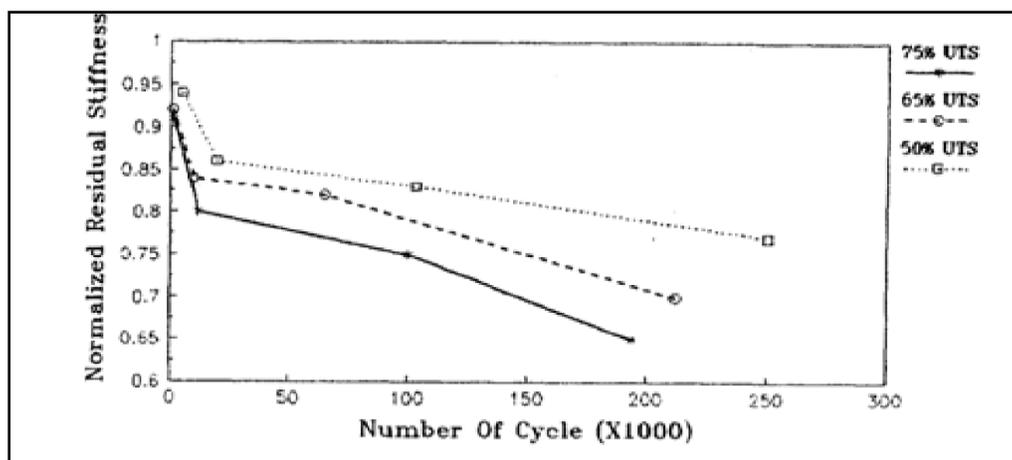


Figure II. 16 : Evolution du module en fatigue selon différents niveaux de chargement [DIN95]

La figure II.17 montre les résultats des essais de fatigue (traction-compression) pour un stratifié de tissu de verre $[0/90]_n$ et de matrice phénolique et polyester. On note que la durée de vie du stratifié (tissus verre) orienté est faible ($\sim 10^3$ cycles) si la contrainte maximale de fatigue est égale à 50% de la contrainte de rupture statique.

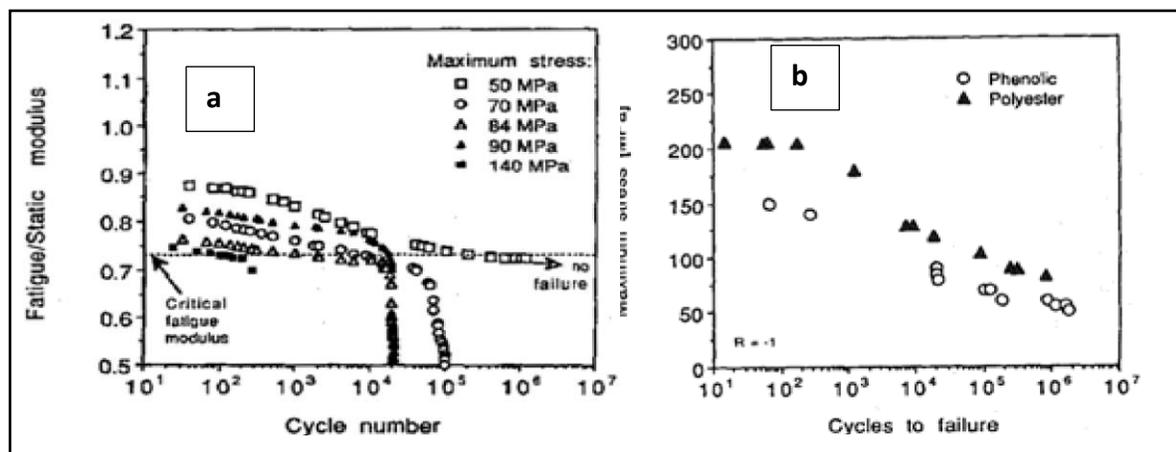


Figure II.17 : Evolution du module en fatigue selon différents niveaux de chargement (a) et matrices (b) [ECH95]

Les trois phases d'évolution du module en fatigue sont facilement identifiables. L'asymptote se situe vers 30% du niveau de dégradation du module initial quel que soit le niveau de contrainte maximum. Il semble que la diminution du module en fatigue est due à la dégradation de la résine alors que la durée de vie du matériau est fonction du comportement en fatigue des fibres.

II.5.2 Paramètres d'endommagement

Le comportement des composites sous sollicitations d'impact est. De nombreux paramètres entrent en jeu et influencent leur réponse à l'impact. Ces derniers peuvent être liés au matériau, au nombre des plis et leurs orientations. La température, le taux d'humidité, l'angle d'impact, la fréquence d'impact et la vitesse d'impact sont aussi des facteurs important [TECHN].

Les énergies de rupture des composites à matrice polyester renforcés de sisal, d'ananas, de noix de coco et d'abaca/ (50 vol % de fibres) sont déterminées par l'essai de résilience Charpy [PAV91]. A l'exception du composite noix de coco/polyester, l'énergie de rupture croît en fonction de la ténacité de la fibre. On note que les composites renforcés par des fibres ayant un grand angle d'hélice sont plus tenaces.

Dans le cas de composite abaca/époxyde, Tobias rapporte que le taux et la longueur des fibres accroissent la ténacité [TOB 93]. Une forte adhésion fibre-matrice peut retarder l'endommagement et ne s'initie qu'à des efforts plus importants. Il est également observé que le facteur de résilience du composite jute/PP traité avec le MAH-PP est relativement plus faible que celui du non traité (0,52 /0,76 J). L'absence d'agent de couplage fait qu'une partie de l'énergie du choc soit consommée par le frottement et l'extraction des fibres.

II.5.3 Critères de rupture

En général, les critères de rupture sont basés sur l'apparition, la présence ou l'aggravation d'un phénomène observé ou enregistré, qui indique un endommagement important ou une rupture très proche de l'éprouvette.

Plusieurs critères peuvent être envisagés. Ils sont basés sur le nombre conventionnel de cycles à rupture. Ces derniers correspondent à :

- la rupture totale de l'éprouvette : séparation en deux parties distinctes ;
- la diminution de la contrainte maximale par rapport à un niveau déterminé durant l'essai
- la diminution du rapport des modules d'élasticité dans la partie en traction et celle de la partie en compression des boucles d'hystérésis ;
- la diminution de la contrainte de traction maximale par rapport à celle de la compression maximale.

L'utilisation du critère de diminution de la contrainte maximale est recommandée. Il permet de réduire la dispersion sur le nombre de cycles à rupture complète et peut s'appliquer aux différents comportements en contrainte-déformation. La fraction surfacique fissurée dans la section de l'éprouvette est du même ordre de grandeur que le taux de diminution de la contrainte.

II.5.4 Suivi des mécanismes d'endommagement

Il existe plusieurs techniques de suivi des mécanismes d'endommagement dans les composites dont les plus utilisées sont :

- **les ultrasons** : constituent un procédé privilégié de contrôle non destructif des matériaux composites. La technique consiste à émettre des ondes sonores qui se propagent dans les milieux élastiques à des fréquences élevées, et suivant la vitesse de propagation des ondes et son atténuation dans le milieu plusieurs données sont recueillies sous forme d'écho grammes [LEH92];

- **l'émission acoustique** : c'est la réception des ondes élastiques transitoires résultant de micro déplacements internes dans un matériau. Cette méthode est capable de surveiller l'endommagement en temps réel dans les composites [NEC04].

- **la thermographie infrarouge active** : tout changement dans la structure est accompagné d'un dégagement de chaleur. L'utilisation d'une caméra infrarouge permet de localiser les fissurations et rupture dans le composite [LES92].

Dans ce chapitre les différents matériaux étudiés sont présentés ainsi que les techniques expérimentales et d'analyses. Dans le cadre de notre travail, deux types de composites sont élaborés. Le premier est un composite polyester renforcé par des fibres naturelles de Diss, le second est un composite polyester jute.

III.1 Présentation des constituants des composites

III.1 Matrice

La résine utilisée est un polyester insaturé type **POLYLITE PD-6191**. Le catalyseur (**PMEC 50**) utilisé est une solution (50% en masse) de peroxyde de méthyléthylcétone dans le diméthylphthalate titrant 9 à 9,2% d'oxygène actif. Les caractéristiques des deux produits sont résumées dans les fiches techniques présentées en **annexe**.

III.1.2 Renfort

Les fibres utilisées dans l'élaboration des composites subissent une sélection particulière. Il faut noter que certains travaux ont démontré l'utilité, pour le secteur des composites, de sélectionner les variétés de fibres et de ne conserver que la partie centrale de la plante [CHA07]. Cette approche que nous avons utilisée ici.

La sélection des fibres se fait sur la base de la couleur des fibres (vert et vert claire). Et on se débarrasse des fibres qui présentent des défauts comme des taches (blanche, noir, marron, etc.) sur les fibres, anomalies (courbures (bosses)...). Finalement on conserve que la partie centrale de la plante dans le but d'avoir des fibres plus au moins uniforme.

Deux fibres végétales sont utilisées dans cette étude : le Diss et le jute.

III.1.2.1 Fibre de Diss

Le Diss (*Ampelodesmos Mauritanicus*, famille des poacées) est une herbe très répandue dans l'Afrique du Nord et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. Cette herbe est utilisée dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques. Les feuilles de l'herbe de Diss utilisées sont récoltées à la main en fin de maturité dans la région nord de Sétif (**Fig. III.1**).



Figure III.1: Plante Diss *Ampelodesmos Mauritanicus* Diss

Les Dissolutions par rouissage et à la soude ont permis de faire apparaître des fibres très fines aux extrémités

III.1.2.2 Fibre de jute

Le jute constitue, avec les autres fibres du genre Agave, les nombreuses variétés cultivées dans des conditions tropicales et subtropicales. Il est plus "grossier" que le lin et les autres fibres libériennes. Il s'agit de jute cultivé et produit industriellement. Il est commercialisé sous forme de tissu de masse surfacique de 370 g/m². Les torons constituant la trame et la chaîne ont un diamètre moyen égal à 0.6mm. Ils contiennent environ 120 fibres. La chaîne et la trame ont un entrelacement de 10 et 20 torons respectivement par 20 mm (**Fig. III.2**).

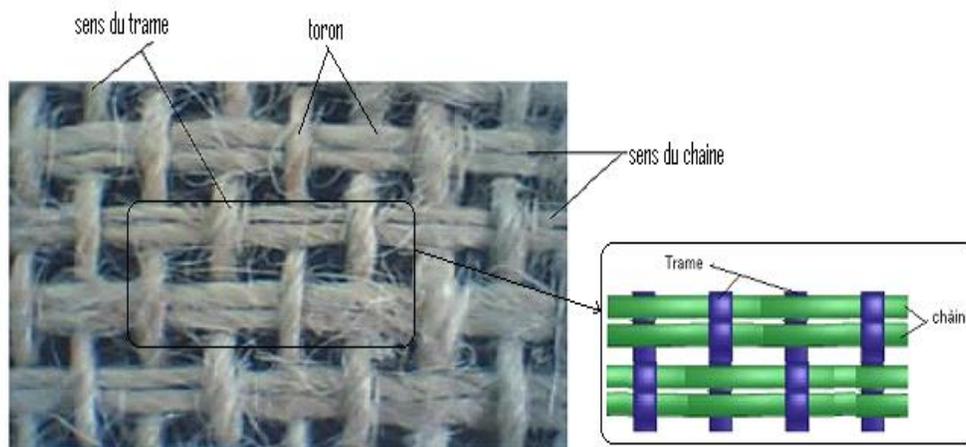


Figure III.2 Tissu de jute

III.2 Caractérisations physico-chimique des fibres

III.2.1 Caractérisations chimiques

La composition chimique des fibres Diss est déterminée selon la norme française (T 12 011). Il s'agit de l'extraction des trois principaux constituants : cellulose, lignine et hémicellulose. Le procédé d'extraction est schématisé par la **figure III.3**. Les taux des cendres et de Graisses et cires sont également déterminés.

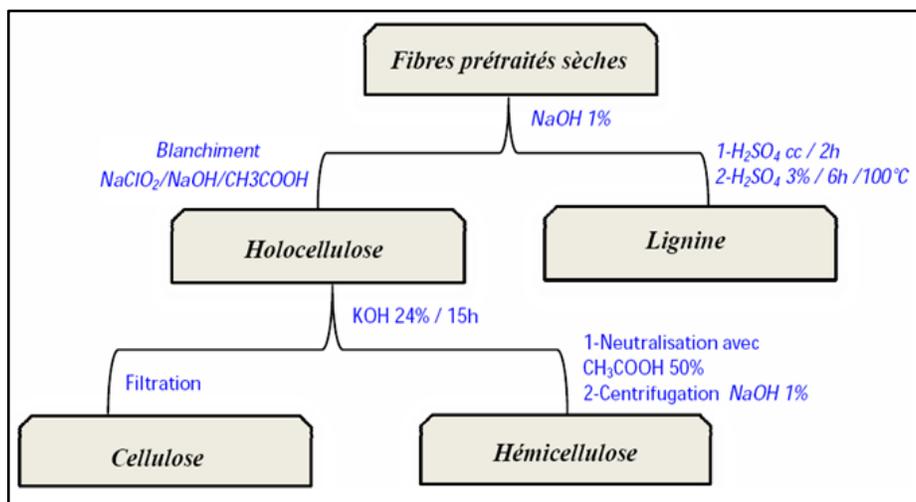


Figure III.3 : Procédé d'extraction de cellulose, d'hémicellulose et de lignine (NF T12 011)

III. 2. 1.1 La siccité

Le pourcentage massique de matière sèche contenue dans un échantillon (siccité). Elle est déterminée par déshydratation de l'échantillon. Les échantillons sont déposés dans un creuset en céramique dans une étuve à 105°C à pression atmosphérique jusqu'à la stabilisation du poids. Avant la pesée, le matériau est mis dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante est atteinte.

III. 2. 1.2 Taux de cendres

Les échantillons broyés sont séchés à 105°C pendant 4 heures. Ensuite, ils sont mis dans des creusets en céramique et calcinés à 600°C pendant une nuit. Le taux de cendres est obtenu par pesée quand l'échantillon revient à la température ambiante dans un dessiccateur.

III. 2. 1.3 Taux de Graisses et cires

Le pourcentage de graisses et de cires est déterminé après extractions successives par le dichlorométhane. Les échantillons sont soumis à une extraction en continu pendant 24 h dans un soxhlet, la solution extraite devra être claire et exempte de fibres. La masse des graisses et des cires extraites est déterminée par pesée après évaporation du solvant

III. 2. 1.4 Taux de lignine (méthode de Klason)

Le taux de lignine est déterminé par la méthode de Klason selon le protocole suivant : L'échantillon sec de fibres broyées (1g) est mis en suspension dans l'acide sulfurique à 72% (15 ml) pendant 2h à température ambiante. L'hydrolyse est poursuivie après dilution à 3% et on maintient la solution à reflux pendant 6 heures. Après cette hydrolyse, on laisse déposer la solution pendant une nuit avant de filtrer le précipité sur un creuset filtrant préalablement séché et taré. Le précipité est lavé abondamment à l'eau chaude afin d'éliminer toute trace d'acide puis placé dans une étuve à 105°C jusqu'à stabilisation de son poids. Le taux de lignine est alors déterminé par gravimétrie.

III. 2. 1.5 Taux de cellulose

La purification de la cellulose est basée sur la différence de solubilité entre les hémicelluloses et la cellulose en milieu alcalin. Ainsi, la cellulose peut être isolée de l'holocellulose après solubilisation des hémicelluloses dans une solution alcaline diluée.

Une masse de 4 g d'holocellulose est Dissoute dans 60 ml de solution de KOH 24% en masse. Après 15 h d'agitation la pâte est filtrée. Le précipité obtenu est lavé avec de l'eau jusqu'à neutralisation, puis avec une solution diluée d'acide acétique, et enfin avec de l'éthanol. La cellulose obtenue est séchée sous air ambiant puis pesée.

III. 2. 1.6 Taux d'hémicellulose

Le filtrat obtenu après séparation de la cellulose est neutralisé par de l'acide acétique 50 %. La suspension est centrifugée pendant 30 minutes à 5000 tr/min.

Le précipité est traité par l'éthanol (95%), on mélange vigoureusement et on filtre sur un creuset, puis on lave le précipité avec de l'éthanol. On obtient ainsi une première fraction d'hémicellulose.

III.2.2. Traitements chimiques

III.2.2.1 traitement par rouissage

La préparation des fibres de Diss est effectuée en quatre étapes : le rouissage, le teillage et le peignage.

Pour le rouissage (traitement à l'eau), on suivi le protocole décrit par A. Bourmaud et al. [BOU10]. Les faisceaux de fibre fraîchement récoltés sont extraits des feuilles de Diss par un léger battage manuel suivi d'un rouissage à l'eau pendant 3 jours et à température ambiante (23-25°C). Une alternance toutes les 24 heures des périodes de "sec" et d'humidité est effectuée pour favoriser la dégradation des ciments pectiques [BRA95]. Les fibres sont ensuite séchées à l'air ambiant pendant 8 jours. Le teillage sert à extraire les fibres contenues dans les tiges par battage des faisceaux. Cette opération est suivie d'un peignage à la carde.

III.2.2.2 Traitement alcalin

Les fibres de Diss sont coupées d'une longueur de 5 cm et sont mis dans une enceinte à $65\% \pm 2\%$ d'humidité relative et à la température de $21 \pm 1^\circ\text{C}$ pendant 24 h (ASTM D1776-04). Dans un récipient de 5 litres, les fibres de Diss sont agitées mécaniquement dans une solution de soude caustique (NaOH 5%). Les durées de traitement sont 2h, 4h, 6h, 8h, 12h et 24h sous une pression atmosphérique et à une température ambiante. Ensuite les fibres de Diss sont filtrées puis lavée deux fois par de la soude 1% pour éliminer les lignines solubilisées. Puis elles sont neutralisées par une solution d'acide sulfurique puis lavée à l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à une transparence proche de l'eau de rinçage. Enfin les fibres sont séchées à la température ambiante pendant 24 h.

III.2.3. Caractérisations physiques

III.2.3.1 Mesure de la densité

Deux méthodes sont utilisées pour mesurer la densité et la porosité des fibres Diss.

Méthode du Pycnomètre

Différentes mesures de la densité sont réalisées à l'aide du pycnomètre (20 cm³). Les fibres sont séchées pendant 48 heures dans un dessiccateur contenant de la silice (préalablement régénérée). Elles sont ensuite découpées en longueurs de 4 à 5 mm puis introduites dans le pycnomètre qui, à son tour, est placé dans le dessiccateur pendant au moins 24 heures. Avant de réaliser la pesée avec l'eau on fait l'imprégnation des fibres pendant 2 heures. Les microbulles entre les fibres sont pratiquement évacuées. Trois pesées sont réalisées pour chaque échantillon à l'aide d'une balance Sartorius (1/1000).

La densité apparente est exprimée par :

$$d_e (g/cm^3) = \frac{M_e * d_E}{M_E - (M_T - M_e)} \quad \text{III.1}$$

M_e : masse échantillon (seul) (g)

M_E : masse eau (20cm³) (g)

M_T : masse échantillons plus masse eau (le tout 20 cm³) * (g)

d_E : densité de l'eau = 0.997(g/cm³) à 25°C.

Méthode d'Arthur

Cette méthode consiste à peser les échantillons dans l'air, puis les placés dans un dessiccateur afin de dégager l'air contenu dans les pores. Une pompe aspire l'air du dessiccateur pendant 30min. Ensuite ils sont plongés dans le xylène pendant 10min. Les échantillons imbibés de xylène sont retirés et légèrement essuyés. Puis, ils sont pesés dans l'air et dans l'eau distillée.

La densité et la porosité sont respectivement :

$$d_{ex} (g/cm^3) = \frac{M_e * d_E}{M_E - (M_T - M_e)} \quad \text{III.2}$$

$$P_0 (\%) = \frac{M_{Xa} - M_e}{M_{Xa} - M_{Xe}} * \frac{d_E}{d_X} * 100 \quad \text{III.3}$$

Avec :

M_e : masse de l'échantillon dans l'air (g)

M_{Xa} : masse de l'échantillon imprégné de xylène dans l'air (g)

M_{Xe} : masse de l'échantillon imprégné de xylène dans l'eau (g)

d_X : densité du xylène = 0.880 (g/cm³)

III.2.3.2 Perte en masse

La perte en masse est calculée par :

$$\Delta m (\%) = \frac{(m_0 - m)}{m_0} * 100 \quad \text{III.4}$$

Avec :

Δm est la différence relative de masse avant et après le traitement.

m_0 est la masse de l'échantillon séché à l'air libre avant traitement (en g).

m est la masse de l'échantillon séché à l'air libre après traitement chimique (en g).

III.2.3.3 Taux d'absorption:

Le taux d'humidité évalué par la méthode de saturation totale, norme (AATCC 20A) [AAT 57]. L'échantillon est mis dans un dessiccateur pendant une durée allant jusqu'à 30 jours avec une humidité de $65\% \pm 5\%$ et une température de 25 °C . Après pesage (M_m), l'échantillon est séché dans une étuve à $105 \pm 5\text{ °C}$ pendant 15 h. ensuite il est refroidi dans un dessiccateur et pesé (M_s). Les pesées des échantillons sont répétées jusqu'à ce que le poids (M_s) soit constant par (séchage, et refroidissement). Ainsi, la teneur en humidité (TH %) de la fibre est calculée par :

$$TH (\%) = \frac{(M_m - M_s)}{M_s} * 100 \% \quad \text{III.5}$$

Avec :

M_m masse initiale de l'échantillon.

M_s masse de l'échantillon après exposition dans le milieu humide.

III.2.3.4 Mesure de la section des fibres

Après l'enrobage de fibres uniques ou de faisceaux avec de la résine époxyde, les échantillons sont ensuite coupés et polés. A partir de photos prises avec un agrandissement de 100 X au microscope optique de réflexion (préalablement étalonné), le contour des fibres est reconstitué à l'aide du logiciel Image J (N. I. H. E., Maryland). La conversion des pixels en micromètres carrés permet de déterminer l'aire des fibres (**Fig. III.4**).

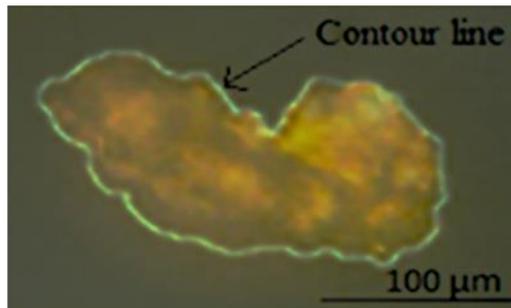


Figure III.4 : Section apparente de faisceau de fibre Diss

III.2.4 Caractérisations structurales

De nombreuses techniques de caractérisation de la microstructure de la fibre Diss sont utilisées.

III.2.4.1 Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Deux de fibres sont broyées manuellement et séchées dans une étuve pour éliminer l'humidité absorbée. Puis mélangés avec le bromure de potassium (5% KBr) et pressés dans une petite pastille d'environ 1 mm d'épaisseur. Les spectres infrarouges sont réalisés à l'aide d'un

spectromètre Perkin Elmer. Les échantillons sont balayés 400 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} .

III.2.4.2 Diffraction des rayons X

Les essais de DRX sont réalisés à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8. Les échantillons de Diss sont broyés à sec dans un mortier en céramique jusqu'à une taille inférieure à 125 μm . L'anticathode est en cuivre ($K\alpha = 1,5418 \text{ \AA}$). L'angle de balayage (2θ) est compris entre 5 et 75° avec un pas de 0,02°.

Différentes méthodes physiques sont proposées dans la littérature pour la détermination du taux de cristallinité des fibres cellulosiques. Selon la méthode de L. Segal [SEG59].

L'indice de cristallinité I_c , est déterminé par :

$$I_{cr} = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \quad \text{III.7}$$

I_{002} est l'intensité maximale du spectre (amorphe et cristallin).

I_{am} est l'intensité maximale de la partie amorphe.

On peut également calculer la taille moyenne apparente des cristallites dans la perpendiculaire aux plans grâce à la formule de Scherrer [TRO08, THY05].

$$TC \text{ (nm)} = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \times 100 \quad \text{III.8}$$

Où λ et β désignent respectivement la longueur d'onde des rayons X (1,5406 \AA) et la largeur intégrale égale à la moitié des maxima (FWHM). k est un facteur correctif de la largeur (pratiquement entre 0.87 et 1). Les spectres DRX sont dépouillés en utilisant le logiciel HighScore plus.

III.3. Elaboration des Composites

III.3.1 Mesure de la réactivité

Un bûcher contenant 50 g de résine catalysée est portée à la température voulue à l'aide d'un bain marie. La température et le temps sont acquiers simultanément après l'ajout du catalyseur. Cette méthode permet de tracer les courbes de réactivité en fonction de la température en fonction du temps. Ces essais sont réalisés dans les mêmes conditions de températures et de concentrations en catalyseurs déjà choisies.

III.3.2 Mise en œuvre de Composite polyester/Diss

Les fibres de Diss utilisées (environ 25 mm de longueur) ont subi un traitement alcalin (NaOH 5%) pendant 2 h suivi d'un blanchiment dans une solution d'hypochlorite de sodium (eau de Javel) de 40% pendant 1h. Puis elles sont lavées plusieurs fois pour éliminer les traces de soude et d'eau de Javel. et ensuite séché pendant 6h à une température de 60°C. Finalement les fibres sont séparées et adoucit par cardage.

Les composites Diss/polyester [FD-mat] sont élaborées par moulage au contact. Nous avons utilisé un moule en bois recouvert de papier cellophane. La matrice est un polyester insaturé et

catalysé. Le taux de durcisseur ajouté est de 1% en volume. Afin d'assurer une orientation planaire des fibres, les mats sont pressés à chaud (130°C) et sous une pression de 15 bars pendant 5 minutes. Ces opérations confèrent une certaine isotropie planaire et permettent d'augmenter le taux du renfort dans le composite. Cette étape permet aussi d'éliminer l'humidité hygroscopique

Le renfort est imprégné par la matrice, puis un débullage est effectué avec un rouleau cannelé. Cette dernière opération élimine les bulles d'air et assure une homogénéité dans la répartition de la résine. Après la gélification et le durcissement du composite (24 H), on retire le composite du moule. Le processus de polymérisation continue à température ambiante pendant plusieurs jours. Deux types de plaques référencées : SMC-R 20 et SMC-R 30 sont réalisées. Les fractions volumiques des fibres sont 20 et 30 %. Chaque plaque contient trois couches de mats de fibres. Le taux de porosité des plaques composites est évalué à environ 5% (**Fig. III.5**).

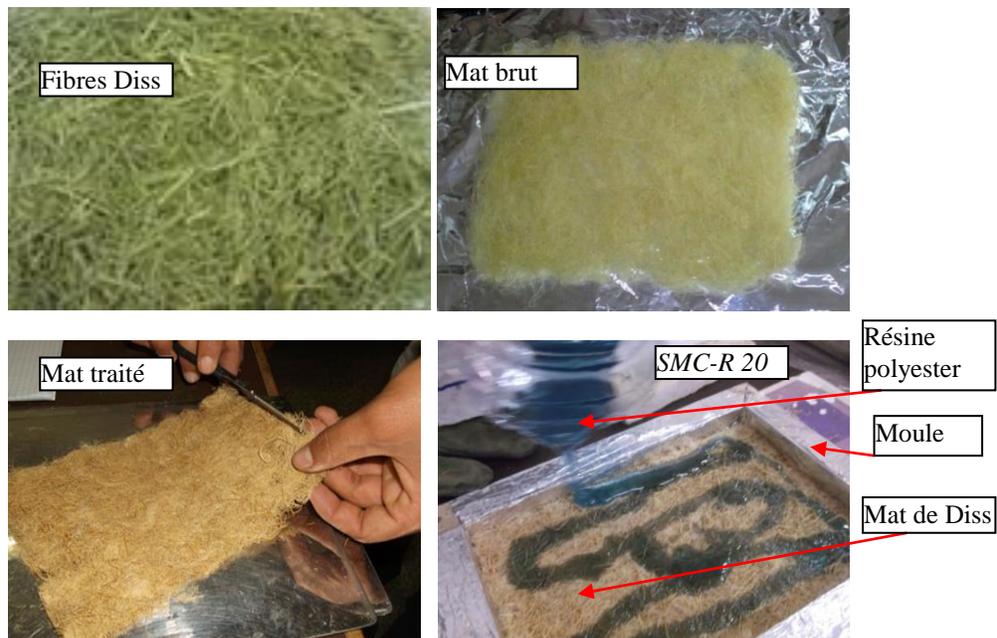


Figure III.5 : Mise en œuvre de composite Mat Diss (SMC-R20) brut et traité 5%NaOH / polyester

III.3.3 Mise en œuvre de Composite jute/polyester

Nous avons élaboré un composite à fibre du jute de trois plis [FJ-tissu]. Le tissu de jute a une masse surfacique de 370 g/ m². Les séquences d'empilements étudiées sont de type [0°/90°/0°].

La préparation du composite se déroule selon les étapes suivantes:

- Le choix de la direction désirés (Chaine et trame),
- Le découpage des tissus selon les dimensions du moule ;
- L'étuvage à une température de 105°C.
- Pressage des plis dans la presse à chaud à une température de 100°C et 15 bars de pression durant 5 minutes
- Les étapes de moulage sont identiques à celui des composites Diss/polyester

III.4 Essais de caractérisation mécanique

Les essais de traction et de flexion 3 points sont effectués à l'aide d'une machine de traction compression universelle (ZWICK /ROELL Z5). La vitesse de déplacement de la traverse mobile est de 1mm/min.

III.4.1 Essai de traction sur les constituants des composites

a- Essai sur fibres

Deux types d'essais sont effectués : essai sur une fibre individuelle et essai sur un faisceau de fibres. De manière à caractériser initialement les matériaux mis en place (Diss et jute), nous avons utilisés des essais de traction sur faisceaux de fibres.

Pour l'élimination de l'effet de l'effort de serrage : glissement ou l'écrasement des fibres au niveau des mors de serrage on a mis des talons de dimensions (5x10x10mm³) aux extrémités (Fig. III.6).

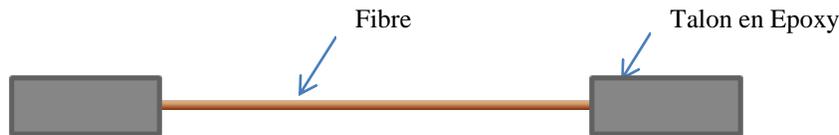


Figure III.6 : Fibre de jute et de Diss avec talon en époxy

Des essais de traction sont réalisés sur des lots de 30 éprouvettes pour de différentes longueurs de jauge : 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 100 mm. La vitesse de la traverse mobile est 1 mm/min.

b- Aspect statistique de la rupture par traction des fibres

Les conditions de croissance, la variété, l'hétérogénéité des fibres et la différence de cristallinité de la cellulose d'une région à une autre sont des sources de dispersion des valeurs expérimentales. De même, les conditions des essais: la colle enrobe parfois par capillarité une partie de la jauge et l'humidité ambiante modifie les propriétés de la fibre contribuent aussi à cette dispersion.

Par conséquent, il convient d'adopter une approche statistique pour l'analyse des résultats expérimentaux de la résistance en traction des fibres.

La distribution de Weibull est la meilleure candidate [ROM97]. C'est une distribution simple à deux paramètres. La probabilité d'apparition d'une observation x est donnée par :

$$P(x) = 1 - e^{-n\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} = 1 - e^{-\frac{V}{V_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \quad \text{III.10}$$

Où

σ_f : contrainte appliquée;

σ_0 : contrainte de normalisation ; ou facteur d'échelle de Weibull, c'est la valeur moyenne de la contrainte mesurée à 62%.

m : module de Weibull ; ou facteur de forme

V: volume de la fibre;

V_0 : volume de normalisation.

Si on considère que la section de la fibre est constante, le rapport $\frac{V}{V_0}$ peut être remplacé par $\frac{L}{L_0}$. La distribution uni-modale (à 3 paramètres) peut améliorer l'ajustement des données. L'introduction d'une contrainte seuil (σ_s) à l'expression III.10 conduit à :

$$P_r(x) = 1 - e^{-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma - \sigma_s}{\sigma_0} \right)^m} \quad \text{III.11}$$

Dans le cas de l'existence de plus d'un type de défauts, l'utilisation d'une fonction de répartition multimodale est nécessaire. La fonction de répartition bimodale cumulative de Weibull est exprimée par :

$$P_r(X) = 1 - \left(p e^{-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{01}} \right)^{m_1}} + q e^{-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{02}} \right)^{m_2}} \right) \quad \text{III.12}$$

Avec $p + q = 1$ où p et q sont les proportions des deux populations de défauts respectivement à faible et haute effectif.

m_1, m_2, σ_{01} et σ_{02} sont respectivement les facteurs de forme et d'échelle. Le logiciel Easyfit (version 5.0) est utilisé pour l'analyse des résultats.

Le traçage et l'estimation des paramètres de la fonction de répartition de Weibull sont obtenues par la méthode de maximum de vraisemblance (**annexe A1**). La valeur moyenne de la contrainte ($\bar{\sigma}$) et le coefficient de variation (cv) sont obtenus par les équations III.13 et III.14 :

$$\bar{\sigma} = \sigma_0 \left(\frac{L}{L_0} \right)^{\frac{-1}{m}} \Gamma \left[1 + \frac{1}{m} \right] \quad \text{III.13}$$

$$cv = \frac{sd}{\sigma_0} = \frac{\left\{ \Gamma\left(1 + \frac{2}{m}\right) - \Gamma^2\left(1 + \frac{1}{m}\right) \right\}^{\frac{1}{2}}}{\Gamma\left[1 + \left(1 + \frac{1}{m}\right)\right]} \quad \text{III.14}$$

S_d est la déviation standard (écart type) des contraintes appliquée, Γ est la fonction Gamma. Les tests de Kolmogorov-Smirnov sont effectués pour l'approbation de la fonction de répartition empirique uni-modale (2 ou 3 paramètres) ou bimodale de Weibull (**Annexe A2**).

De même nous avons utilisé un logiciel Weibull 7 pour la détermination des modules et la comparaison entre les différentes hypothèses liées à la nature des résultats expérimentaux obtenus

c- Essai sur matrice (résine vierge)

Selon les normes (ASTM D 638-77a) et (NF T 51-001), des essais nous avons élaboré des éprouvettes de traction et de flexion en polyester (**Fig. III.7**).

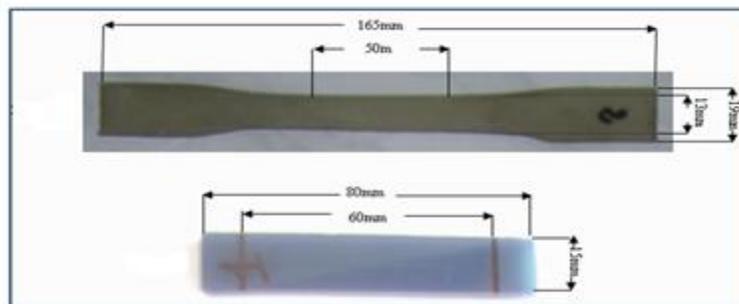


Figure III.7 : Eprouvettes en résine UP sans renfort, (a) éprouvette de traction avec $h=3\text{mm}$, (b) éprouvette de flexion avec $h=4\text{mm}$.

III.4.2 Essai sur composite

Des essais de traction et flexion sont menés sur des composites à renfort Verre (FV-mat), Diss (FD-mat), et Jute (FJ-tissu) par la même machine et protocole décrit en haut.

a- Essai de traction

Pour réaliser ce type d'essais, nous utilisons des éprouvettes en forme d'altère pour (FV-mat) et (FD-mat), et en forme rectangulaire pour (FJ-tissu) La géométrie et les dimensions sont reportées dans le **tableau III.1**.

b- Essai de flexion trois points

Les essais de flexion sont entrepris en asservissement de déplacement de la traverse à une vitesse de 1mm/min. les dimensions de l'éprouvette de forme prismatique sont reportées dans le **tableau III.1** La distance entre appuis est choisie selon l'épaisseur W et la largeur b du composite élaboré.

Le module d'élasticité E , la contrainte à la rupture σ_R et la déformation ϵ_R sont calculés par les relations ci-dessous:

$$\sigma_R = \frac{3.P.(L)}{2.b.W^2} ; \quad E = \frac{(L)^3}{4.B.W^3} \cdot \frac{P}{f} \quad . \quad \epsilon_R = \frac{6.w.(f)}{L^2} \quad \text{III.19}$$

Avec : **P** : force appliquée

L : distance entre appuis

W et **b** sont respectivement la hauteur et la largeur de l'éprouvette.

f : est la flèche correspondant à la charge **P**.

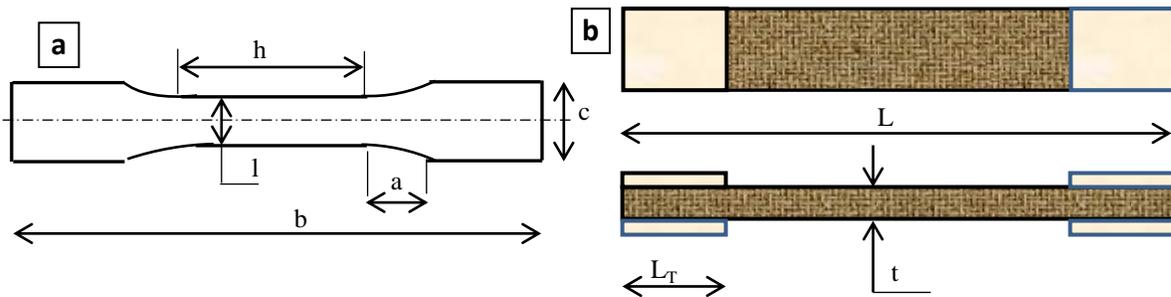


Figure III.8 : Schéma d'une éprouvette de traction en forme (a) haltère (b) plate

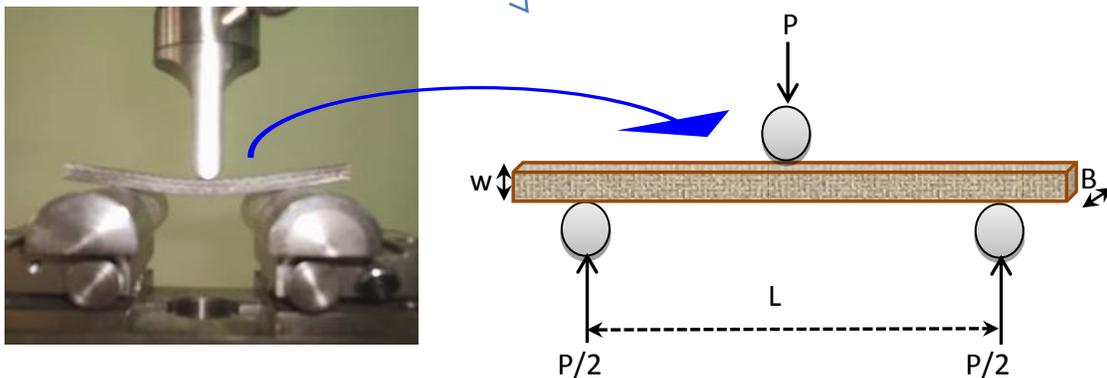


Figure III.9 : Schéma d'une éprouvette de flexion 3 points

Composite à renfort		(FV-mat), 3plis	(FD-mat), 3plis	(FJ-tissu), 3plis
Epreuve de Traction (Fig. III.8)	Haltère ISO 3167 A	h = 120, l = 10; a= 10,66; b = 200; c = 20	h = 120, l = 10; a= 10,66; b = 200; c = 20	-
	plate	-	-	L = 200; L _T = 40 e = a mesuré
Epreuve de flexion 3 points (Fig. III.9)		L ₀ =80; L=60; B=40;	L ₀ =80; L=60; B=40;	L ₀ =80; L=60; B=40;

Tableau III.1 : Dimension des éprouvettes de traction et de flexion 3 points des composites élaborés

III.4.3 Essai de fatigue

Les essais de fatigue par chocs répétés sont menés à l’aide d’un dispositif de fatigue (Fig. III. 10). Un tour à charioté permettant la variation de la fréquence des chocs et la vitesse du projectile assure le mouvement du système bielle- manivelle. Le rapport de contrainte appliqué en flexion est égal = 0 (R= $\sigma_{min} / \sigma_{max} = 0$) avec une fréquence constante de (f = 5Hz).

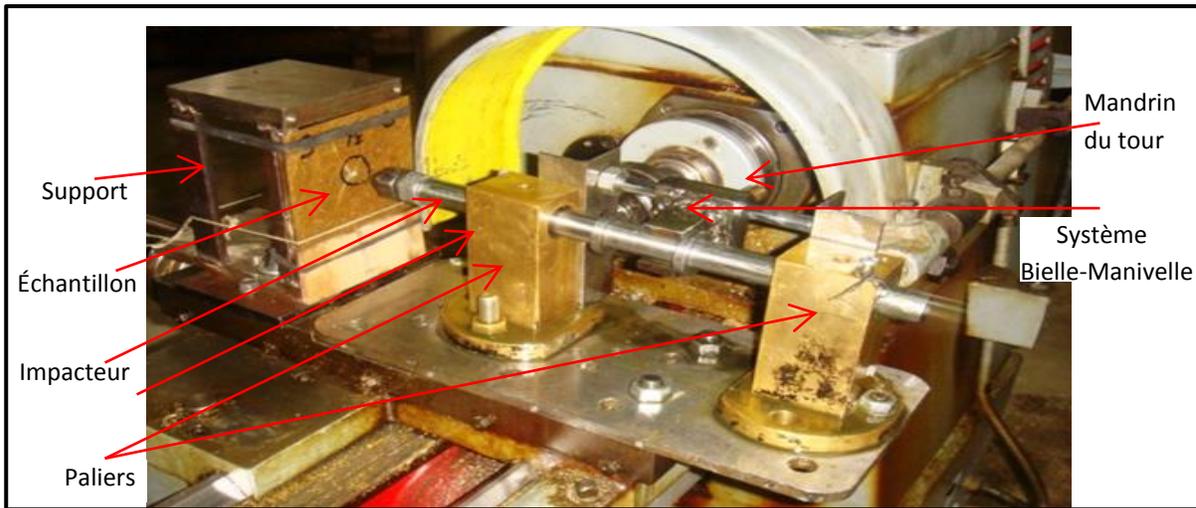


Figure III. 10 : Dispositif de fatigue par chocs répétés

L’échantillon est maintenu grâce à un support de fixation. Le nombre de cycles est enregistré. L’essai est interrompu avant la rupture pour analyser l’évolution de l’endommagement. La perte de rigidité est déduite des courbes de charge-déplacement en flexion 3 points correspondant à un certain nombre d’impacts :

$$R_i = \frac{P_i}{d_i} \tag{III.20}$$

- Où : R_i - rigidité de flexion du matériau endommagé à t=ti,
- P_i - charge à t=ti,
- d_i - déplacement à t=ti.

Les courbes de Wöhler peuvent être tracées à partir des courbes de fatigue.

L'utilisation des renforts non conventionnels (végétaux) pour l'élaboration de matériaux composites impose une bonne maîtrise des propriétés physiques et chimiques : masse volumique, absorption de l'eau etc...

Pour des raisons de compatibilité entre les fibres naturelles et la matrice polymère, des modifications chimiques de surface sont également envisagées. De nombreuses techniques sont menées, dont l'alcalinisation est particulièrement la plus utilisée.

Les analyses par FTIR et RX sont utilisées pour la caractérisation des fibres traitées par alcalinisation. Ces techniques permettent de déterminer le degré d'alcalinisation et la topologie de la réaction.

IV.1 Morphologie des fibres Diss

La fibre Ampelodesmos communément connu sous Diss est une grande plante vivace graminée cespiteuse de la famille des poacées. Elle pousse en touffe de 300 à 450. Ses feuilles sont hochements panicules, persistantes (**Fig. IV.1-a et -b**). Elle se présente sous forme d'un cylindre conique creux ouvert. La section est circulaire ou parfois elliptique ouverte et enroulée. La **Figure IV.1-c** montre la coupe transversale de la fibre Diss. On constate que la surface extérieure est lisse par contre, la surface intérieure est fortement ondulée et très rugueuse avec la présence d'épines.

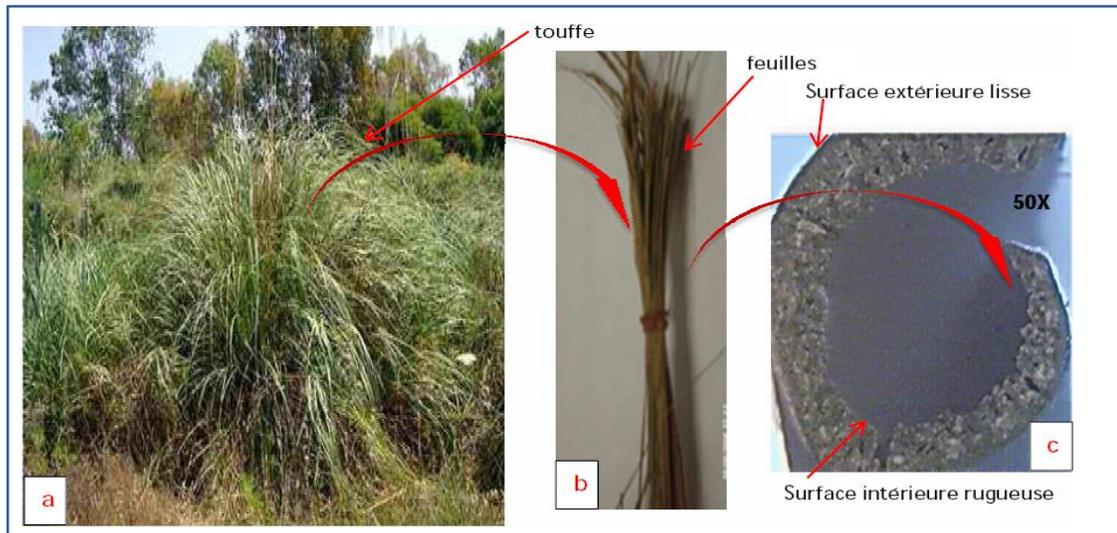


Figure IV.1 : Section transversale de la feuille diss.(c) Touffe de Diss(Ampelodesmos) (a) feuille de Diss (b)

Ces dernières ont une longueur proche de 100 μm . (**Fig. IV.2**). Elles sont dues probablement à la forte concentration en *silice* de la fibre.

L'enroulement de la feuille provoque l'allongement de la face extérieure (lisse) et la compression de la face intérieure d'où le relief. (**Fig. IV.3**). Les anomalies de la structure de la fibre se forment de manière irréversible lors de la croissance de la plante ou durant les étapes de séparation des fibres du reste de la plante [LAM02].

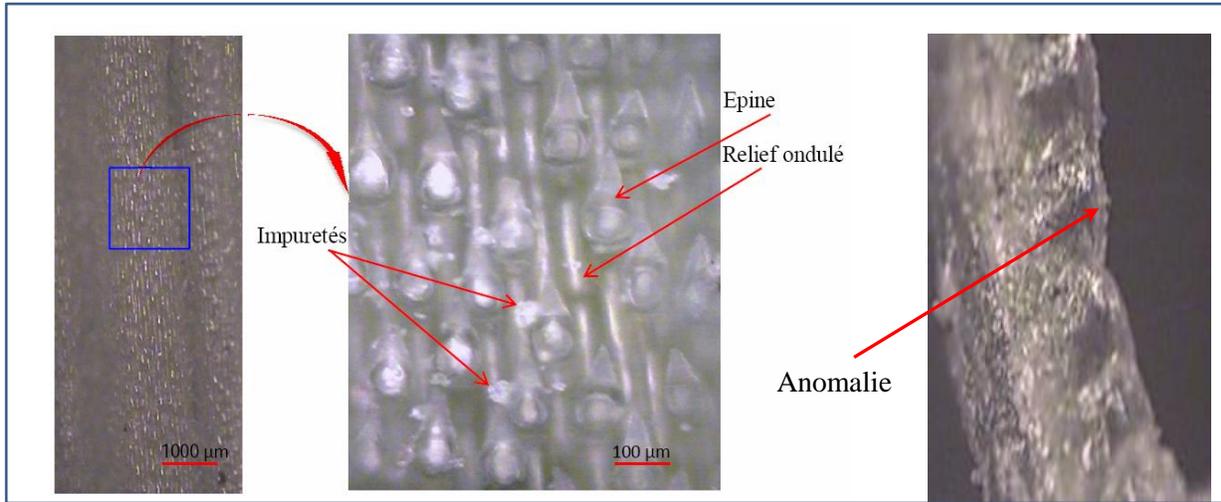


Figure IV.2 : Vue longitudinale de la face intérieure de la feuille Diss

Figure IV.3 : Défauts créés par flexion sur la face intérieure de la fibre Diss

La largeur de la feuille est de l'ordre de 5 à 6 mm au milieu de la feuille. Cependant les longueurs sont très dispersées.

Trois catégories de touffe (A, B et C) sont collectées pour l'estimation de la longueur moyenne des feuilles de Diss (Fig. IV.4). Le tableau IV.1 présente la distribution des longueurs de Diss en fonction de la catégorie des touffes.

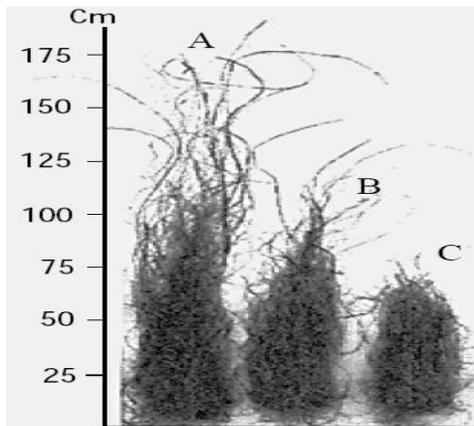


Figure. IV.4 : Schéma Typique de touffe Diss récoltée

feuilles Diss	A	B	c
Longueur moyenne (mm)	785	698	653
Ecart type (%)	55,4	52,7	48,6
25% > L _m (mm)	515	481	434
1% > L _m (mm)	1585	1272	1155
50% > L _m (mm)	665	594	568

Tableau IV.1 : Distribution des longueurs des fibres Diss

On observe que la longueur moyenne des trois touffes sélectionnées est au alentour de 700 mm avec une dispersion de l'ordre de 50%. Cependant, la moitié des feuilles ne dépassent pas une longueur de 600 mm.

IV.2 Composition biochimique

La teneur en matière sèche dans les fibres de Dis varie de 89 à 92.6 %. Cette variation est due à l'humidité relative du milieu ambiant. La teneur en eau reste constitue environ 8.2 % à 25°C. Dans les conditions standards, la fibre végétale contient une fraction d'eau 8%. Cette quantité d'eau joue le rôle de plastifiant [BAL05].

Les fibres de Diss sont constituées de trois composants majoritaires : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Le reste de la composition comprend les extractibles (9%), les hydrosolubles et les cendres (matière minérale) des fibres Diss (3.1%). La **figure IV.5** illustre les proportions des différents constituants de la fibre Diss. Ces résultats représentent les proportions moyennes en poids d'au moins 3 essais pour chaque élément. L'écart type varie entre 3% à 8%. Le taux des matières extractibles et des minéraux représente en moyenne 12.1 % de la matière sèche de la fibre de Diss. Par conséquent, on constate que la fibre est relativement riche en matière minérale par rapport à la fibre d'Alfa. Cette dernière contient 6 à 8%. On note que d'autres fibres comme les fibres de pailles et le kénaf ont aussi des quantités de matière minérale et cendres importantes (**Tab IV.2**).

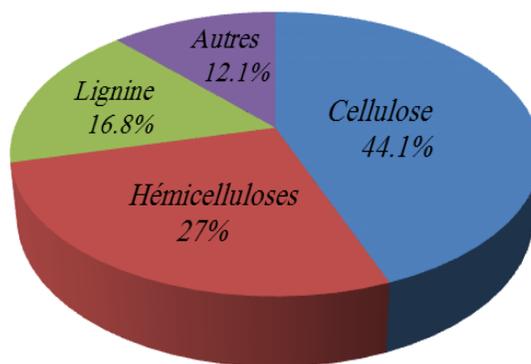


Figure IV. 5 : Composition chimique des fibres de Diss en matière sèche (% en poids)

La cellulose est le premier constituant des fibres qui leur confère un bon atout pour exhiber de meilleures propriétés mécaniques. Elle représente environ (44.1%) de la matière sèche des fibres Diss. Ce pourcentage est comparable à celui des fibres péribériennes (lin, jute) (**Tab. IV.2.**) Par contre, il est légèrement supérieur à celui des fibres d'alfa et sensiblement supérieur à celui des fibres de sabai. On note que le taux de cellulose demeure très inférieur à celui des feuilles d'Abaca (Manila) où le taux de cellulose est supérieur à 60%.

L'hémicellulose représente le deuxième constituant majoritaire dans les fibres Diss. Le taux avoisine (27%). Il est comparable à celui des fibres de pailles, de blé et nettement élevé par rapport aux fibres péribériennes et particulièrement le Jute et les fibres de feuilles de sisal.

Les fibres Diss sont très riches en lignine. Le taux mesuré est de l'ordre de 16.8%. Ce dernier est voisin à celui des fibres d'alfa et de kénaf. Il est légèrement plus petit que celui du jute, du lin et de sabai (herbe à éléphant). Il est 2 fois plus grand que celui des fibres de feuilles d'abaca et de sisal où la lignine ne représente qu'en moyenne 8% de la matière sèche (**Tab IV. 2**).

Type de fibres		Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Autres (%)	Réf
Fibres de pailles	Blé	28 – 36	23 - 28	12 – 16	9 - 14	[GAN02]
	Riz	29 – 35	27	16 – 21	11 – 23	
cannes à sucre	Bambou	32 – 44	22	19 – 24	6 – 8	
	Sucre	26 – 43	15	21 – 31	9 – 35	

Fibres d'herbes	Diss	44,1	27	16,8	12,1	[BOU13]
	Alfa(Esparto)	33 – 38	27-32	17 – 19	6 - 8	
	Sabai	22	24	23,9	6	[REN90]
Fibres péri libériennes	Lin	43 – 47	16	21 – 23	13 – 20	[BLE99]
	Kénafe	31 – 39	19	15 – 19	23 – 35	
	Jute	45 – 53	15	21 – 26	5 – 11	
Fibres Centrales	Kénafe	31-44	(18-24)	15-21	2-4	
	Jute	41	(18-22)	24	6-10	[RAM05]
	Jute	61-71	-	-	-	[BAL04]
Fibres de feuilles	Abaca (Manila)	60,8	20	8,8	11	
	Sisal (agave)	43 – 56	12	7 – 9	6 – 10	[DAV07]

Tableau IV. 2 : Synthèse bibliographique sur la composition chimique des différents types de fibres végétales, comparaison avec les fibres Diss et jute. [ROW95] [REY90] [GAN02].

Concernant les fibres jute, la composition chimique est largement référencée dans la littérature [SRI82, ROE85, RAM05, BAL04]. Malgré la dispersion importante des valeurs recueillies, le jute semble présenter, en moyenne, des teneurs en cellulose et hémicellulose dépassant 40% et 15% respectivement. La cellulose constituant la fibre de jute atteint parfois 61 à 71 %. Ces variations des taux des constituants dans les fibres de jutes sont dues à l'origine géographique, à la période de récolte et le type d'extraction des fibres périlibérienne ou fibre centrale.

IV.3 caractérisation physico-chimique

IV.3.1 Mesure de la masse volumique

L'évaluation de la masse volumique du renfort et de la matrice est nécessaire pour estimer la densité théorique des composites, en conséquence, la fraction des pores contenues dans le matériau composite.

Les densités des fibres Jute et Diss sont mesurées par pycnomètre et par la méthode d'Arthur. Le **tableau IV.3** rassemble les différents résultats obtenus. La densité apparente obtenue par pycnomètre des feuilles Diss est de l'ordre de $(0.89 \pm 0.1 \text{g/cm}^3)$. Par contre, pour un traitement de 2 heures à la soude (5%) elle est de l'ordre de $(0.85 \pm 0.1 \text{g/cm}^3)$. Cette diminution de presque 5% est due probablement à l'extraction de produits solubles de la fibre par la soude, ce qui favorise l'augmentation du nombre de pores présent dans la fibre.

Les résultats montrent aussi que la densité Diss (non traités) mesurée par la méthode d'Arthur est inférieure à celle mesurée par pycnomètre. Cette différence d'environ 3% est probablement attribuée au pouvoir pénétrant du liquide d'immersion (xylène).

La densité des fibres Diss est relativement faible par rapport aux autres fibres végétales. La porosité des fibres Diss est relativement importante. Elle est de l'ordre de (45.2%).

Il convient de mentionner qu'aucune autre fibre végétale n'a une aussi faible masse volumique. Cette caractéristique semble conférer à la fibre Diss de bonnes propriétés spécifiques.

Fibre	Densité Pycnomètre (g/cm ³)	Densité Arthur (g/cm ³)	porosité ouverte (%)
Diss	0,89 ± 0.1	0,86 ± 0,1	45,2 ± 0,1
Diss (5% NaOH)	0.85 ± 0.1	-	-
Jute	1,28 ± 0.1	-	-
	1,33 ± 0,1 [SRI82]	-	-
	1,45 ~ 1,50 [INS87]	-	-

Tableau IV.3 : Densités des fibres de Jute et Diss

La densité apparente du jute est de l'ordre de (1,28 ± 0.1). La valeur mesurée est inférieure à celle mentionnée dans la bibliographie. Cette différence est due probablement aux traitements préalables des fibres de jute.

Notons qu'aucun dégazage n'est constaté au cours de l'immersion des fibres de jute dans l'eau. Au contraire, un dégazage important s'est produit pour les fibres Diss. On peut conclure les fibres de jute sont moins poreuses que les Diss.

IV.3.2 Absorption d'humidité

L'absorption d'eau entraîne des variations volumiques des fibres dans le composite et engendre des modifications à l'interface fibre/matrice. En effet, le comportement des fibres vis-à-vis de l'eau influence leur comportement à long terme. Lors de la mise en œuvre du composite à matrice polymérique, un taux important d'humidité est néfaste et peut atténuer les performances du composite. La **figure IV.6** présente l'évolution de la prise d'humidité des fibres Diss brutes en fonction du temps d'immersion. Notons que chaque point de mesure est au minimum la moyenne de la mesure de 5 échantillons. On constate que le taux d'humidité absorbé croît progressivement avec le temps d'immersion pour atteindre un palier autour de 14%. A partir de 350 à 400 H, la courbe devient asymptotique. Au-delà de 20 jours (520h), il y a gonflement des fibres. A la saturation, ce dernier devient plus marqué.

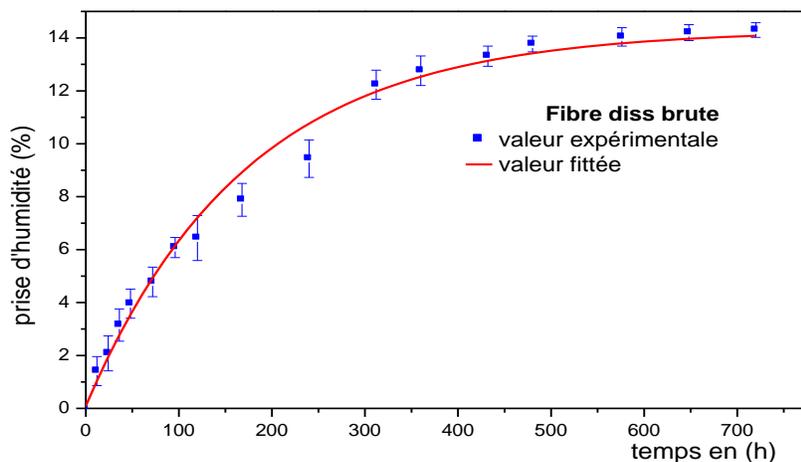


Figure IV.6 : Evolution de la prise d'humidité des fibres Diss brutes.

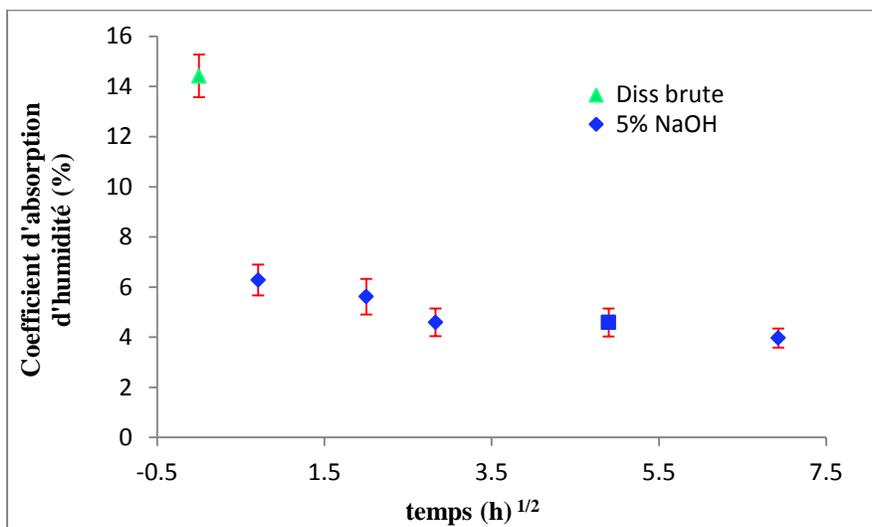


Figure IV.7 : Effet du temps de traitement alcalin sur le coefficient d'absorption d'humidité.

L'influence du temps de traitement alcalin des fibres Diss sur le coefficient d'absorption d'humidité est illustrée par la **figure IV.7**. Comparativement aux fibres Diss brutes, on constate que le traitement alcalin NaOH diminue le taux d'absorption. Pour des durées très courtes, l'influence de traitement est très significative. On constate que le taux d'absorption chute de 14% à environ 6 %.

Pour un traitement à 5% de soude, la teneur en humidité de la fibre Diss diminue graduellement avec l'accroissement de la durée du traitement. Après 30 min de traitement, on observe une réduction de 52.8 %. Pendant 48 h de traitement, la réduction en humidité est maximale (72.5%). Il semble que les fibres deviennent plus hydrophobes chaque fois que le temps de traitement alcalin augmente. Le traitement avec une solution alcaline élimine l'hémicellulose et les cires. Il favorise également l'activation des groupes hydroxyles des unités de cellulose par la rupture des liaisons hydrogène [SRE 09]. Ce traitement conduit au changement de la morphologie de la surface de la fibre. Cette dernière devient plus hydrophobe et pourrait donc interagir davantage avec la matrice.

IV.4 Effet des traitements sur les fibres

La complexité de la microstructure des fibres végétales affecte évidemment les propriétés mécaniques des fibres (cf. chap. II). Le recours au traitement chimique de la surface des fibres (rouissage, alcalisation et acétylation) contribue à les rendre moins hydrophiles et favorise ainsi une adhérence efficace à l'interface fibre-matrice du composite.

IV.4.1 Traitement par rouissage

L'extraction de la fibre suit presque les mêmes étapes que le lin, le chanvre ou autres : la récolte, le rouissage, le séchage, le teillage et le peignage.

La **figure IV.8** illustre les micrographies de la surface des fibres traitées et non traitées par rouissage à l'eau.

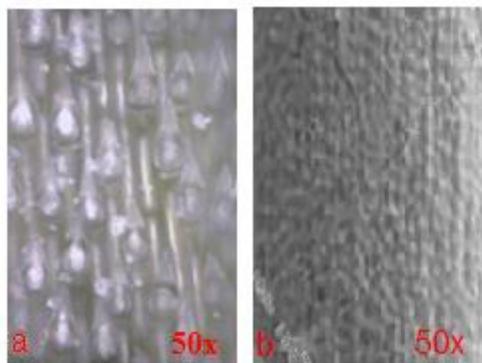


Figure IV. 8 : Extraction de la Diss : a- fibre brut. b- fibre extraite par rouissage à l'eau

On constate l'existence d'une couche de poussière et de cire sur la surface de la feuille de Diss brute. Cette couche disparaît après le traitement. La surface de la fibre est relativement rugueuse (**Fig. IV.8-b**). Cette rugosité est probablement due à l'extraction de la pectine. Plusieurs travaux [MUK72, HEN97, COL98] ont montré que le rouissage dû à l'action par hydrolyse des enzymatiques sous l'alternance de l'humidité et de la chaleur décompose les pectines.

IV.4.2 Traitements alcalin

Des faisceaux de Diss sont traités à la soude à 5% de concentration pour créer des rugosités de surface, favoriser l'ancrage mécanique et diminuer la teneur en lignines. Le temps de traitement est de 2, 4, 6, 8, 12, 24 et 48h.

La **figure IV.9** présente des micrographies de fibres de Diss avec et sans traitement alcalin. Lors du traitement alcalin on constate un changement notable de la couleur et de la morphologie des fibres Diss. En effet, avec la prolongation du temps de traitement, la couleur a tendance à devenir jaunâtre (**Fig. IV.9-b**). La surface de la fibre traitée devient relativement plus rugueuse (**Fig. IV.9-d**). La surface rugueuse obtenue après traitement alcalin contribue à l'amélioration de l'adhérence à l'interface fibre-matrice [GHA09].



Figure IV.9 : Fibres Diss, a et c- brutes et b et d après traitement 5% NaOH.

Toutes ces modifications peuvent être attribuées à la lixiviation des substances cireuses [SIN09] et à la dissolution d'une majeure partie des composants de cimentation comme l'hémicellulose et la

lignine par la soude caustique. Ils ont pour conséquence aussi une certaine perte en masse des fibres Diss après le traitement alcalin. On rapporte aussi que le traitement chimique réduit le rayon des fibres par l'élimination partielle des cires, des impuretés et les substances assurant la cohésion des microfibrilles de cellulose [GAS99, BES07].

Toute prorogation du temps d'immersion, entraîne d'avantage de réduction des composants de cimentation et l'affaiblissement de la consolidation entre les fibrilles. Par conséquent, la séparation des fibres individuelles devient de plus en plus facile. Le traitement alcalin conduit à la fibrillation des fibres et la ventilation des faisceaux (**Fig. IV.10**). Cela augmente la surface effective de contact avec la matrice; donc une amélioration des propriétés mécaniques des composites est accrue [SAH10, PAI06].

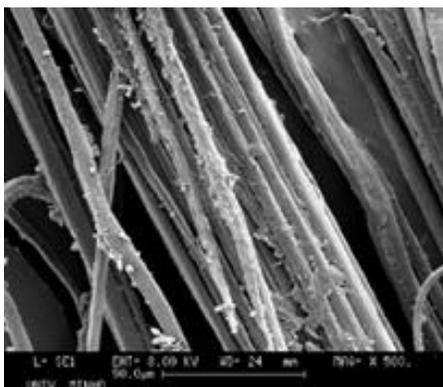


Figure IV.10 : Fibres Diss après 24 h de traitement

Après traitement, il y a apparition des cavités (vide) ou des pores sur la surface des fibres (**Fig. IV.10**). Cela justifie la diminution de la densité et l'accroissement du taux de porosité.

En revanche, le traitement alcalin peut être néfaste et entraîne la fragilisation des fibres. Certes, les impuretés et les couches de cuticule cireuse sur la surface des fibres sont complètement enlevées, mais il semble que la surface des fibres traitées à 5% de NaOH durant 48h est fortement affectée. Elle est marquée par les traces de la soude. On constate aussi qu'il y a détérioration des fibrilles. (**Fig. IV.11**).

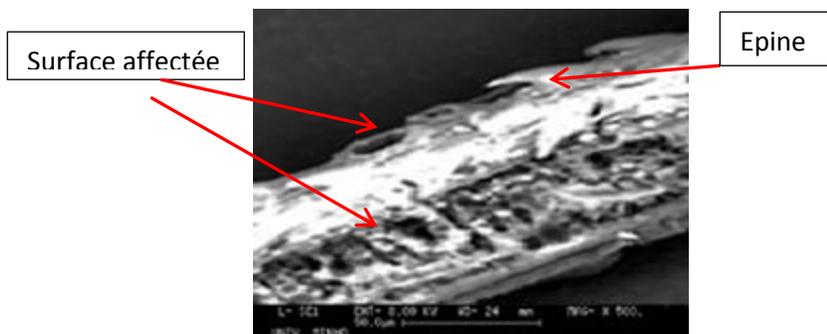


Figure IV.11 : Fibre Diss après 48 h de traitement

IV.5 Evaluation des traitements des fibres

L'influence du traitement à la soude sur les fibres de Diss a été évaluée par des méthodes non destructives à savoir Perte en poids et modification de la structure de la fibre par DRX et FTIR.

IV.5.1 Perte en masse

Le traitement alcalin des fibres végétales provoque une réduction de leur poids. Cette réduction est due aux réactions chimiques qui peuvent se produire avec les différents constituants de la fibre.

La **figure IV.12** présente l'évolution de la perte en masse des fibres de Diss en relation avec le temps de traitement pour une concentration de 5%. On constate que la perte en masse est d'autant plus importante que le temps de traitement est prolongé. Cette perte est attribuée à la dissolution de la lignine, des hémicelluloses (Glucides, polysaccharides), et les substances solubles dans l'eau. La courbe montre l'existence de trois stades distincts. Au cours du premier stade, la courbe est linéaire et la vitesse de dissolution est relativement importante. Au cours des deux premières heures de traitement, la perte en masse est de l'ordre de 6.3 %. A la fin du premier stade la perte de masse atteint 25,6 %. Au-delà de ce point la vitesse de dissolution devient de plus en plus lente jusqu'à 96 heures. Le troisième stade correspond à la détérioration quasi totale de l'hémicellulose et de la lignine qui occupent environ 43.8% des constituants de la fibre de Diss.

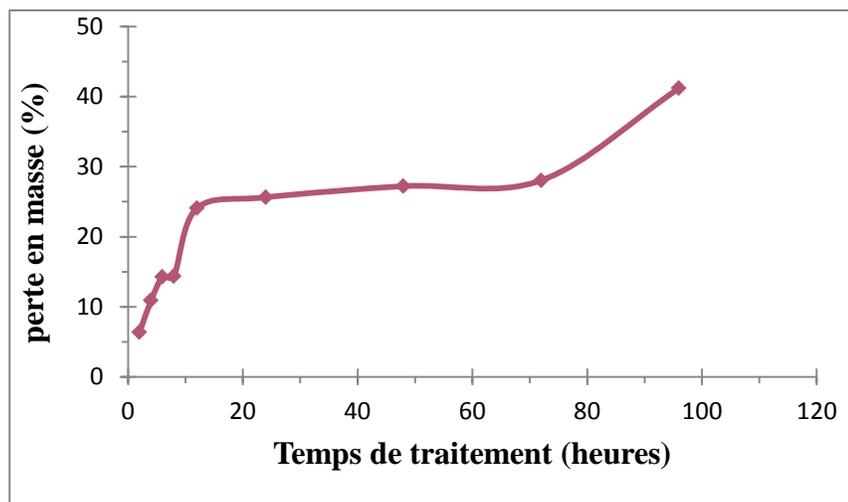


Figure IV.12 : Evolution de la perte en masse des fibres de Diss en fonction du temps de traitement

IV.5.2 Modification de la structure

Du fait de la coexistence de plusieurs structures dans les fibres végétales, l'analyse par DRX est insuffisante. Il est recommandé de combiner de différentes méthodes d'analyse pour obtenir une description complète de la structure.

Des analyses non destructives par DRX et FTIR sont utilisées, afin de mettre en évidence l'impact du traitement à l'hydroxyde de sodium avant et après 2, 4, 8 et 24 heures d'immersion sur la modification de la microstructure des fibres de Diss.

IV.5.2.1 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Des spectres infrarouges obtenus par transmittance des fibres Diss brutes et modifiées après un temps de traitement alcalin variant entre 2 et 24H sont présentés à la **figure IV.13**. L'analyse a été faite par comparaison entre les différents spectres de Diss et le spectre témoin de la cellulose pure obtenus (**figure IV.13-f**). L'interprétation se fait à l'aide des bandes associées aux fonctions les plus fréquemment rencontrées dans l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge (**Tab IV.4**)

Fréquence (cm ⁻¹)	Attributions possibles	éléments	Réf
3440	Liaison O-H (vibration d'élongation)	Polysaccharides et eau d'hydratation	[GRO89, WGT01]
2920	C-H (vibration d'élongation)	cellulose	[SIN08]
2850	H ₃ C-O (vibration d'élongation)	Lignines et Graisses	
2350			
1740	Groupe ester et acides C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)	[HAQ09]
1650	Liaison hydrogène H ₂ O adsorbée dans la cellulose cristalline	Eau	
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[ALI09, SU09]
1325	Déformation dans le plan de groupe CH ₂	Polysaccharides	
1250	C-O cycle aliphatique	Cellulose	
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine	
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses	
900	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides	
670	C-OH de déformation	Cellulose	

Tableau IV.4 : Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres végétales.

Les principaux pics d'absorption de Diss brut commun au spectre de la cellulose pure, sont : 3353 cm⁻¹, 2920 cm⁻¹, 1650 cm⁻¹, 1430 cm⁻¹, 1030 cm⁻¹ et 900 cm⁻¹ (**Fig. IV.13-a**).

Le traitement des fibres de Diss avec la soude (5% NaOH) provoque un effet apparent sur les spectres infrarouge, et plus le temps de traitement augmente la structure est modifiée (**Fig. IV.13-a**). P. Saha et al [SAH10] rapportent que le traitement alcalin implique une réduction de la liaison

hydrogène intermoléculaire / intramoléculaire entre les groupes hydroxyle de la cellulose et de l'hémicellulose de la fibre végétale

En effet, le pic à 3340 cm^{-1} qui correspond à la vibration de valence des liaisons O-H subit une faible diminution de l'intensité après 24h de traitement. Comme ce pic correspond à l'ensemble des hydroxyles, primaires et secondaires, la diminution d'intensité peut être expliquée par la conversion en acide carboxylique d'une partie des alcools primaires.

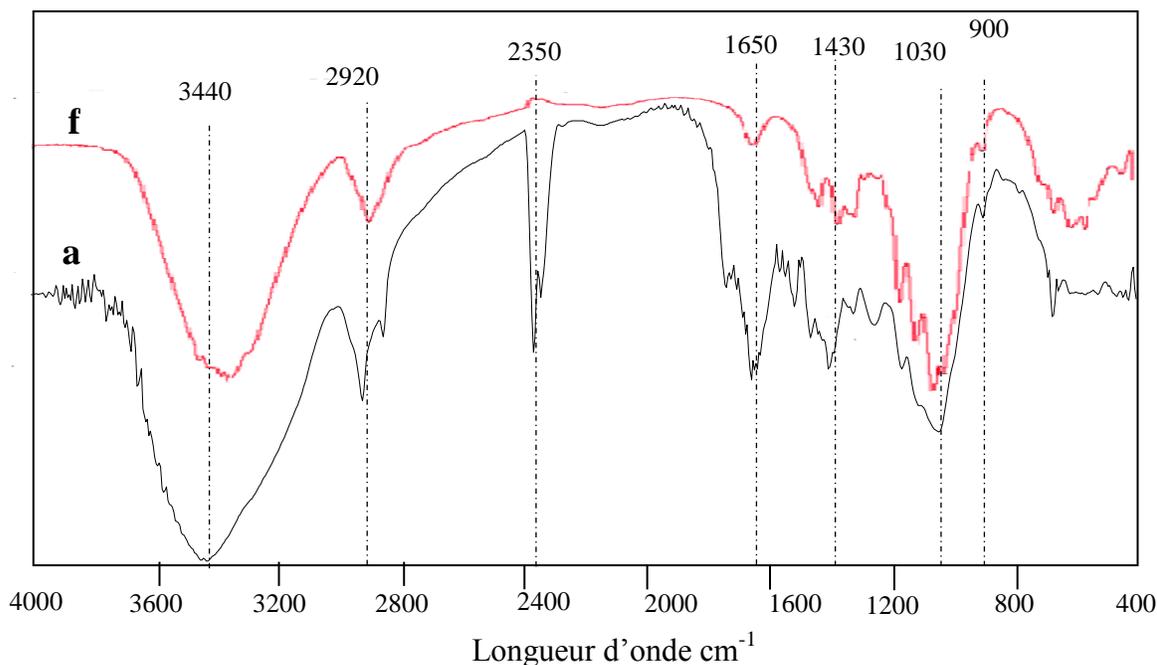


Figure IV.13-a ; FTIR des fibres Diss : (a) brutes et (f) cellulose pure.

Les pics à 2920 cm^{-1} et 900 cm^{-1} qui correspondent aux vibrations d'élongation C-H de la cellulose n'ont pas subi de changement significatif après traitement alcalin.

Une bande intense à 1030 cm^{-1} avec épaulement correspond à l'extrémité des modes d'étirement des groupes hydroxyle et éther C-O. Ces pics sont caractéristiques de l'absorption de la cellulose et semblent rester inchangés.

Le pic caractéristique à 1430 cm^{-1} est attribué à la déformation de $-\text{CH}_2$ cellulose. Il demeure inchangé après le traitement alcalin. Cette composante de cellulose non affecté de la fibre peut augmenter la résistance à la traction [ALI09].

Cependant, une diminution de l'intensité du pic à 1325 cm^{-1} , correspond au cycle aliphatique C - O de la cellulose. Cette diminution ne se manifeste qu'après 24 h de traitement 5% NaOH.

Les autres pics observés qui correspondent aux lignines, hémicellulose, pectine et autres ont subi:

-Une diminution de l'intensité du pic à la position 1650 cm^{-1} qui correspond à la liaison hydrogène H_2O adsorbée dans la cellulose cristalline. B. Min Zhi Ronga et al [MIN01] suggèrent que l'enlèvement de certaines impuretés aromatiques comme la lignine qui sont responsable de cette diminution.

-une diminution notable de l'intensité à 2350 cm^{-1} pour un temps de traitement de 6h et se stabilise après. Cette vibration est probablement associée à des impuretés d'élongation nitrile (CN).

-Une bande de vibration détectée à 1740 cm^{-1} correspond à l'étirement des groupements acide carboxylique et ester (C-O) que contiennent les fibres brutes (vierges). Ce pic qui a un lien avec les fonctions ester d'hémicelluloses, diminue graduellement au fur et à mesure que le temps de traitement augmente. Ce qui suggère que la teneur en acide a diminué entraînant l'élimination des groupes carboxyle présents dans l'hémicellulose. Plusieurs auteurs, Cazaurang et B. Monties [CAS90, MON80], rapportent que les hémicelluloses contiennent des groupes carboxyle qui sont absorbés dans cette région et sont solubles dans des solutions aqueuses alcalines.

L'intensité caractéristique à 2850 cm^{-1} du groupement $\text{H}_3\text{C-O}$ de la lignine diminue après 24 h d'alcalisation ce qui suppose une élimination partielle de la lignine.

De même le pic à 1250 cm^{-1} qui correspond à l'élongation C-O des groupes acétyle de la lignine [SIN08] subi une diminution après 24h de traitement.

Il apparaît de toutes ces modifications au niveau du spectre IR que le traitement alcalin a une influence significative sur la structure des fibres Diss. En effet, au bout de 2h la dissolution partielle de la lignine, hémicelluloses, pectine et les graisses est observée. Cette dissolution augmente graduellement en fonction de la durée de traitement. La présence des pics de lignine dans les spectres des fibres Diss traitées démontre que les fibres contiennent toujours la lignine. L'affectation de la cellulose est constatée après 24h.

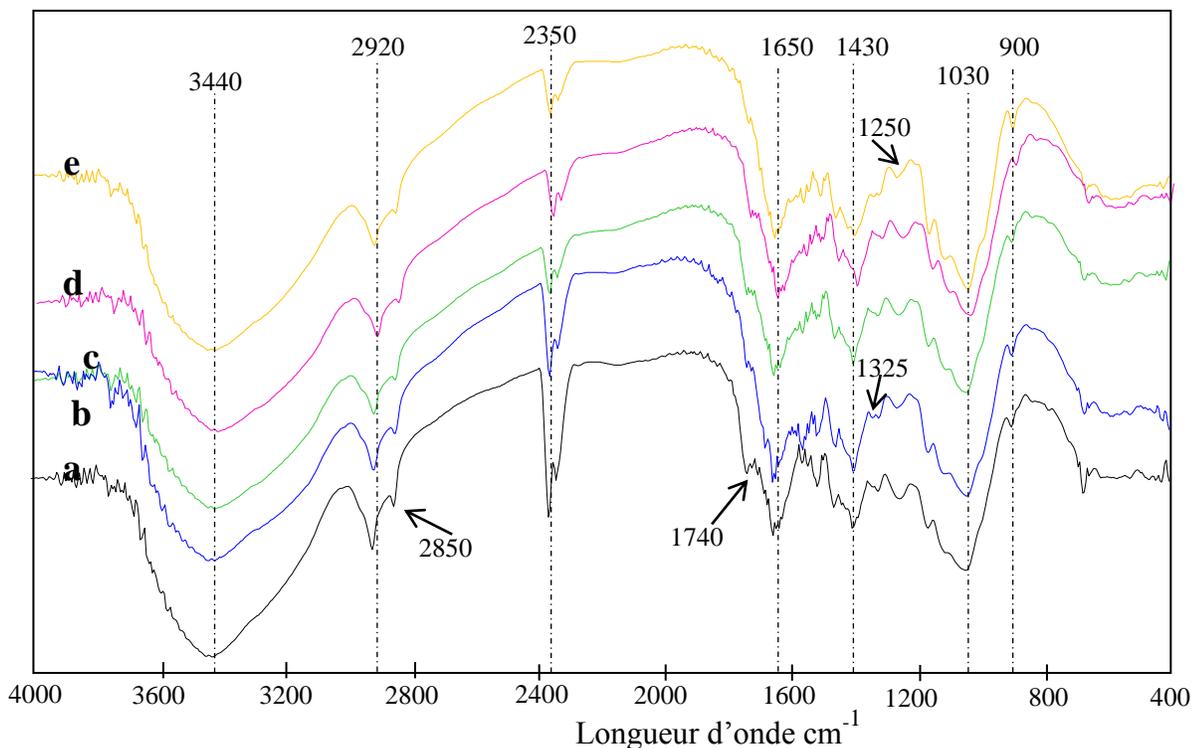


Figure IV.13-b : FTIR des fibres Diss : (a) brutes (b) traitées 2h, (c) 6h, (d) 8h (e) 24h à (5% NaOH).

IV.5.2.2 Diffraction des rayons X

Hormis, le FTIR, la détermination de la structure des fibres végétales peut aussi s'effectuer par DRX. Plusieurs auteurs ont montrés que la fibre végétale est constituée principalement de cellulose. Cette dernière existe sous plusieurs états polymorphiques, le plus connu étant la cellulose I encore appelée cellulose native, constituant la partie cristalline de la cellulose [VDW06]. Elle est influencée par les traitements que subit la fibre végétale.

L'évolution de la structure cristalline des fibres végétales Diss, en fonction du temps de traitement alcalin (NaOH 5%) est étudiée par diffraction des rayons X. Les différents diffractogrammes obtenus sont représentés (**figure IV.14**).

Les spectres ont une forme caractéristique de la cellulose native des matériaux lignocellulosiques, avec une nette domination de l'allomorphe I_{α} , de maille cristalline monoclinique [SAR74, KOL76, STI76]. Ils présentent quatre zones cristallines

Le pic cristallin majeur pour un angle $2\theta=21,8^{\circ}$, correspond au plan équatorial principal (002) dont la maille monoclinique de la cellulose I. Le pic cristallin de faible intensité à $2\theta 34,8^{\circ}$ correspond au plan cristallographique (004) dans la maille monoclinique à deux chaînes. Ces deux pic sont attribués à la cellulose cristalline ou de la silice (pour le pic à $21,8^{\circ}$).

Les deux autres pics présents à $2\theta 16,3^{\circ}$ et $2\theta 17,4^{\circ}$ correspondent respectivement aux plans équatoriaux principaux indexés (110) et $(1\bar{1}0)$ dans la maille monoclinique à deux chaînes [SUG91]. Pour un pourcentage élevé en cellulose I (forte cristallinité), ces deux pics sont assez marqués et distincts l'un de l'autre. A l'inverse, lorsque les fibres contiennent un pourcentage élevé de matériaux amorphes (lignines, pectines, hémicelluloses et cellulose amorphe), ils n'en forment plus qu'un seul sous forme d'un halo [TSE05]. Donc, il semble que les spectres obtenus traduisent un faible degré de cristallinité des fibres de Diss (**Fig. IV.14**).

Le traitement à 5%de soude, apporte un changement dans l'allure des spectres de diffraction X. En effet, l'alcalisation provoque un décalage des plans (002) vers des faibles angles 2θ , qui correspond la distance réticulaire 3.88\AA vers 4.08\AA soit une différence de 0.2\AA . Cette différence augmente légèrement au fur et à mesure que la durée de traitement augmente. Ceci peut être expliqué par l'intercalation des molécules de soude dans l'unité cellulaire qui entraînent en conséquence une expansion de la maille monoclinique de la cellulose I. Ce phénomène d'augmentation des paramètres de maille est observé aussi par I. Van de Weyenberg et D. Fengel, [VDW 06, FEN 83], Ils rapportent que les ions sodium Na^+ se placent dans l'unité cellulaire de la cellulose, ce qui pourrait augmenter ainsi les paramètres de maille. Une autre explication est donnée par [SAI04], le déplacement des pics (002) est dû par l'importance des groupements acides carboxyliques situés sur la surface des substrats celluloses

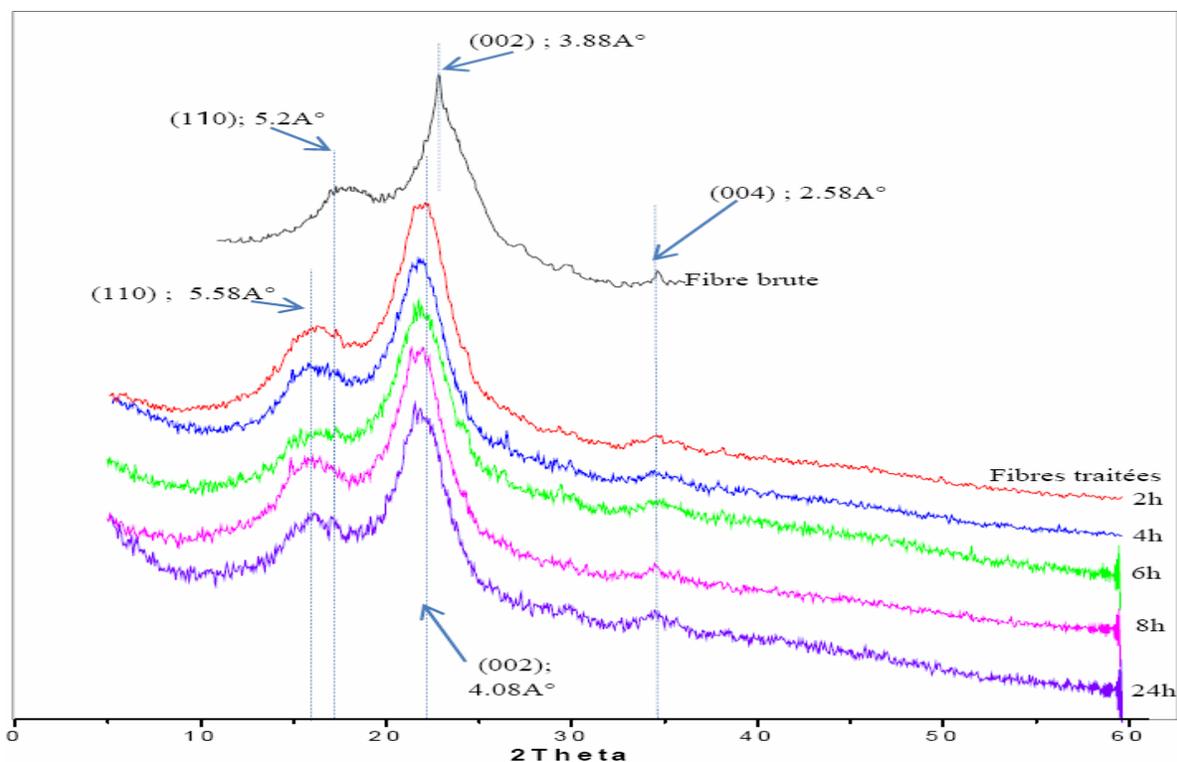


Figure IV.14 : Diffractogrammes des fibres Diss brutes et traitées par la soude (NaOH) 5% pendant 2, 6, 8 et 24h.

La prorogation du temps de traitement des fibres jusqu'à 8h, n'a pas une influence significative sur l'allure des différents diffractogrammes. Ceci montre que les fibres contiennent toujours un pourcentage de matériaux amorphes. Cependant, lors du traitement à 24h le halo situé à $2\theta=16,3^\circ$ se transforme en deux pics assez marqués et distincts l'un de l'autre. Il semble que la partie amorphe est réduite.

L'effet de la soude se manifeste par la variation progressive de l'aire en dessous des pics observée sur les diffractogrammes. Cette variation est liée à la modification de la cristallinité de la cellulose I présente dans le matériau.

La méthode de Segal et Scherrer est largement utilisée et décrite dans de nombreux travaux [OUA05, THY05]. Le taux de cristallinité des fibres Diss est estimé par cette méthode. On suppose que la contribution de la partie amorphe est la même pour les angles à la position (2θ) $21,8^\circ$ et à $16,3^\circ$, et que la cellulose cristalline ne contribue pas à l'intensité diffractée à $16,3^\circ$ [SEG58]. Cette méthode de détermination de l'indice de cristallinité reste cependant discutable car elle ne prend en compte que les intensités des raies et non l'intensité intégrée des pics de diffraction.

Les indices de cristallinité calculé par la méthode de Segal sont représentés par la figure IV.15. Le traitement alcalin conduit à une cristallinité plus élevée que celle des fibres non traités. Il est de l'ordre de 38% pour les fibres Diss non traité. Après un séjour de 2 heures de traitement, l'indice de cristallinité augmente à 42,7%. Cette légère augmentation de 3,8% est en réalité la conséquence de la dégradation de la lignine et une partie d'hémicellulose dans le milieu alcalin et donc une baisse de la contribution de la partie amorphe qui va en faveur de la cellulose

cristallisée. D'autre part, elle peut être attribuée à l'ajustement de la structure moléculaire de la cellulose et conduit à une augmentation des propriétés mécaniques de la fibre végétale [BLE99].

Au-delà de cette durée, l'indice diminue au fur et à mesure que le temps de traitement augmente. Il semble que cette diminution est due à l'enflure et à l'élimination partielle des matériaux cimentaires, qui se traduisent par une légère perturbation de la chaîne de cellulose. Ainsi que les groupes alcalins pourrait réduire la régularité moléculaire des chaînes de cellulose ce qui favorise l'augmentation du taux de la cellulose amorphe au détriment de la cellulose cristalline. C. Baley et S. Ouajai [BAL06, OUA05] rapportent que l'utilisation de plus fortes concentrations en soude réduit la cristallinité des fibres, et induisent ainsi une transformation de cellulose I en cellulose II amorphe. Toutefois, l'indice de cristallinité reste toujours supérieur à celle des fibres non traitées. On a observé une augmentation de l'indice de la phase cristalline de 1.8% par rapport aux fibres non traitées pour une durée de traitement de 24h.

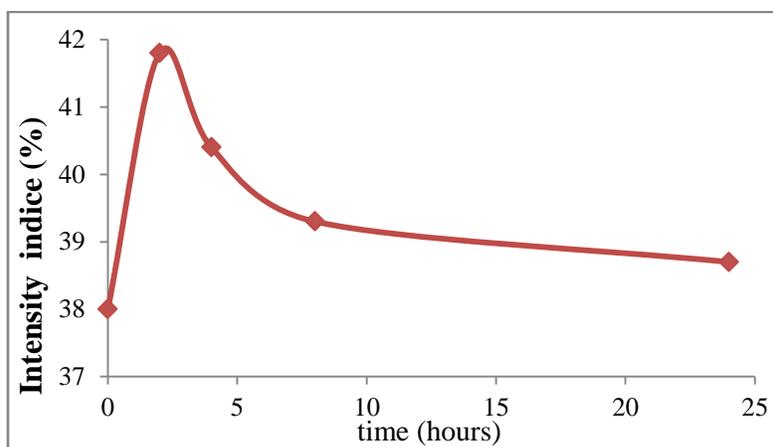


Figure IV.15 : Variation de l'indice de cristallinité en fonction du temps de traitement (NaOH5%)

La taille moyenne apparente des cristallites a été également calculée par l'équation de Scherrer (Chap. III), [TRO08]. La longueur et la largeur des cristallites sont déterminées à partir des plans (004) et (002) respectivement [AND00]. Les résultats obtenus sont présentés dans le **tableau.IV.5**. On constate que les cristallites des fibres de Diss ont une dimension approximative de 2,15nm dans la largeur et 3.54nm en longueur. La durée de traitement alcalin a pour conséquence d'augmenter la taille moyenne des cristallites. Ceci est dû probablement aux ions sodium Na^+ qui se placent dans l'unité cellulaire de la cellulose ce qui pourrait augmenter ainsi la taille des cristallites. S. Sinha et al [SIN08], lors de leurs études sur la fibre de jute ; concluent que la dissolution des composants amorphes est responsable de l'amélioration de l'indice de cristallinité et de la taille des cristallites de la fibre.

Fibre Diss	brute	traitée				
Temps (h)	0	2h	4 h	6h	8h	24h
2θ (°)	22.9	21.9	21.8	21.75	21.7	21.7
TAC (nm) / (002)	2.15	2,25	2.8	3.23	3.66	3.68
TAC (nm) / (004)	3.34	3,99	4.45	4.16	6.40	5.94

Tableau IV.5 : Taille apparente moyenne des cristallites (TAC) au Plan (002) et (004) en fonction du temps de traitement (5% NaOH).

Les résultats expérimentaux obtenus des essais effectués sur les constituants de base du composite, sont présentés et interprétés. Ce sont les tests de réactivité, de traction et de flexion sur les résines thermodurcissable (époxy, polyester insaturé). Ainsi que le comportement mécanique en traction des fibres de Diss avec et sans traitement alcalin (5% NaOH).

V.1 Etude du comportement de la matrice

La connaissance préalable, des propriétés chimiques et physico-mécaniques des constituants d'un composite est indispensable. Ces propriétés sont déterminantes pour l'élaboration et le domaine de son application.

Des essais sont réalisés sur la résine polyester avant son utilisation dans le composite. Il s'agit de d'adapter le taux du catalyseur et par conséquent le temps de gel souhaité.

V.1.1 Réactivité de la résine UP

L'étude de la réactivité de la résine permet de déterminer le temps nécessaire à l'imprégnation, le pourcentage massique en catalyseur et la température d'élaboration. La résine utilisée est un polyester insaturé (POLYLITE PD-6191). Le catalyseur est un peroxyde de méthyléthylcétone (PMEC 50).

Les thermogrammes obtenus des différents mélanges et à différentes températures sont présentés dans les **figures V.1 et V.2**. L'ajout du peroxyde PMEC à la résine préaccélérée, conduit à une réaction exothermique. Les courbes sont constituées de trois parties distinctes : l'état liquide visqueux, l'état intermédiaire de gel et l'état solide infusible.

La première zone est la phase de mise en œuvre et de débullage. La deuxième correspond à la transition de l'état liquide à l'état vitreux. C'est la partie croissante linéaire de la courbe du thermogramme. C'est aussi l'apparition progressive du phénomène de gélification avec augmentation rapide de la température de réaction. La vitesse de la réaction de réticulation est plus importante. La troisième zone correspond au maximum d'exothermie et la fin de la réticulation.

On constate, que plus la température initiale est élevée, plus les temps de gélification et de maximum d'exothermie sont courts.

L'augmentation du taux du catalyseur augmente la vitesse de réaction et la diminution du temps de gélification et du maximum d'exothermie.

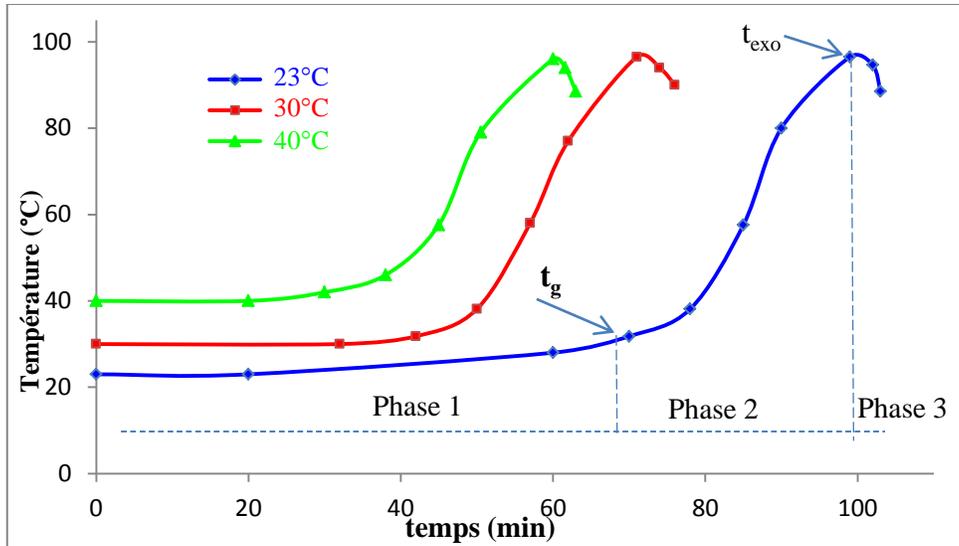


Figure V. 1 : Thermogramme de la résine pour différentes températures avec 1% de catalyseur.

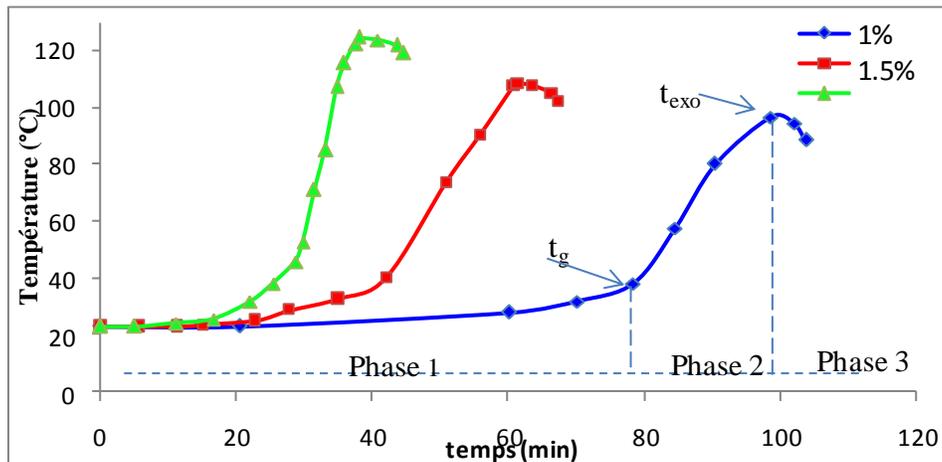


Figure V. 2 : Thermogramme de la résine polyester pour différents taux de catalyseur

La **figure. V.3** montre les évolutions des temps de gélification et de maximum d'exothermie en fonction de la température. Les courbes ont tendance à décroître jusqu'à la température de 30 C. Au-delà de cette température la diminution est plus lente.

L'effet du taux du catalyseur (PMEC 50) sur les temps de gélification et de maximum d'exothermie est similaire à celui de la température (**Fig. V.4**).

Pour des taux de durcisseur élevés, le point de gélification et le pic exothermique sont atteints très tôt. Le pic est également plus élevé

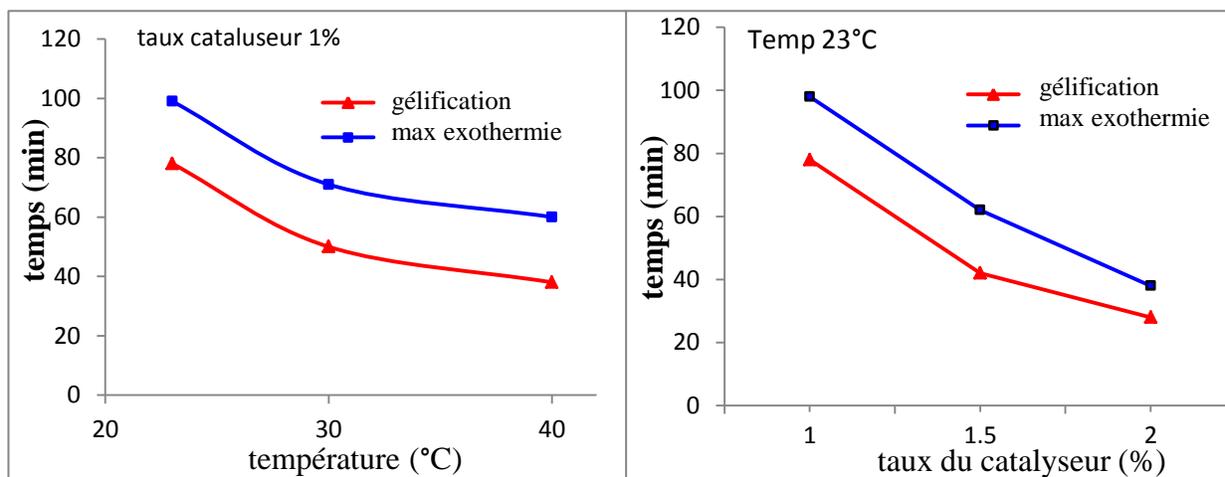


Figure V.3 : Influence de la température sur le temps de gélification et du maximum d'exothermie

Figure V.4 : Influence du taux de catalyseur sur le temps de gélification et du maximum d'exothermie

V.1. 2 Caractérisations mécaniques de la matrice polyester UP

a- En Traction

Les propriétés mécaniques dépendent essentiellement de la structure chimique du pré polymère, du taux de solvant contenu dans la résine et du type du réseau tridimensionnel formé après durcissement.

La **figure V.5** présente un exemple de courbe contrainte/déformation d'un essai de traction sur une éprouvette en polyester UP (2% de catalyseur). Au début la courbe est linéaire jusqu'à une déformation de 0.6 %. Au-delà de cette déformation, elle présente une certaine non-linéarité. Le matériau a semblablement un comportement élasto-plastique.

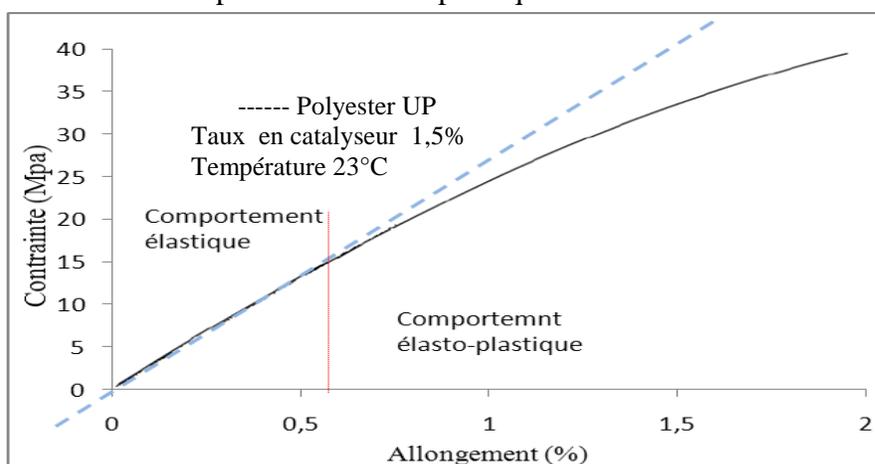


Figure V.5 : Exemple de courbe contrainte/allongement d'une résine polyester à température ambiante.

Des essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes ayant de différents taux de catalyseur et à différentes températures initiales. Les résultats de ces essais sont rassemblés dans le **tableau V.1**.

Echantillon	Température (°C)	Taux de catalyseur (%)	Module d'élasticité (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Déformation à la rupture (%)
1	23	2	1,56 ± 0,27	30,92 ± 3,54	1,98 ± 0,05
2	23	1,5	2,41 ± 0,14	36,51 ± 4,87	1,52 ± 0,15
3	23	1	1,90 ± 0,29	26,78 ± 2,17	1,41 ± 0,07
4	30	1	2,52 ± 0,19	35,90 ± 3,57	1,42 ± 0,10
5	40	1	2,05 ± 0,40	29,37 ± 1,33	1,43 ± 0,09

Tableau V.1 : Résultats des essais de traction pour la résine étudiée

La **figure V.6** montre que l'augmentation de la température d'élaboration de 23°C à 30°C fait augmenter la résistance à la traction de la résine. Au-delà de 30°C, la résistance de la résine diminue. Ceci peut être expliqué par le fait que la température fait augmenter le taux de réticulation d'une manière irrégulière. Au-delà d'une certaine température, la réticulation du polyester insaturé se fait sous forme d'amas emprisonnant du styrène rendu inactif. Par conséquent, le taux de réticulation global se trouve diminué par rapport à celui des températures inférieures [ADA04].

L'augmentation du taux du catalyseur sur la résistance en traction a un effet similaire à celui de la température. Ceci est en bonne concordance avec les résultats de H. Yang [YAN01]. Donc le taux optimal est de 1 à 1,5% dans un intervalle de température initiale compris entre (23°C et 30 °C) La résistance en traction est de l'ordre de 35 MPa avec un module de Young apparent de 2,5 GPa. On signale que ces grandeurs demeurent inférieures à celle indiquées dans la fiche technique de la résine polyester (A.2) ($\sigma_R=50$ MPa et $E=3,1$ GPa).

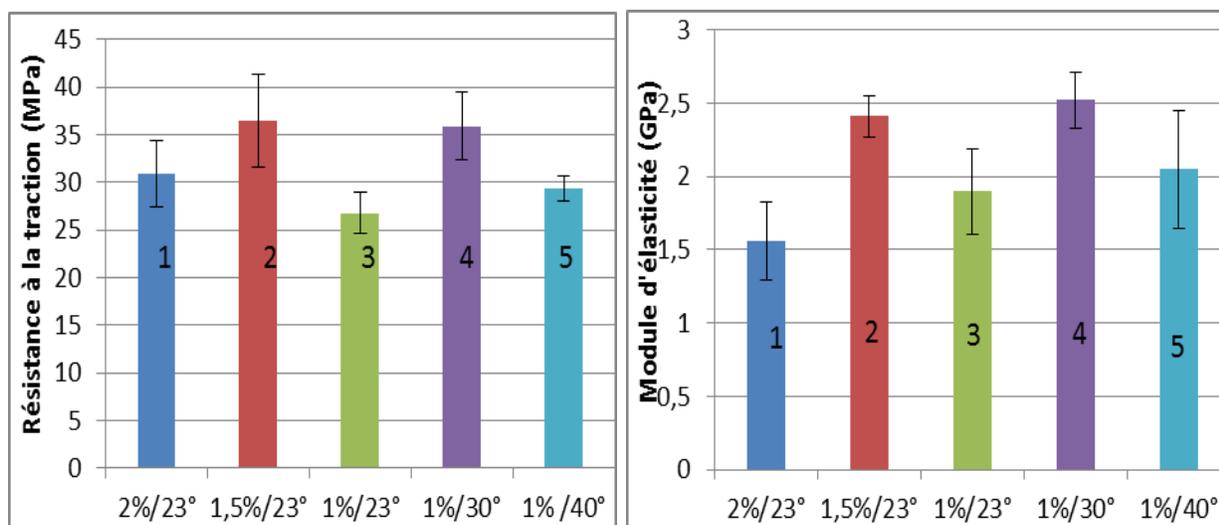


Figure V.6 : Evolution de la résistance à rupture et du module d'Young à la traction de la résine UP sous l'effet de la température initiale et de la concentration en catalyseur.

b- En flexion

Des essais de flexions trois points sont menés sur des éprouvettes lisses en polyester avec un taux en catalyseur de 1,5% et réticulées à 23 °C. La **figure V. 7** présente un exemple de courbe charge déplacement. Le comportement est similaire à celui de la traction. La courbe est constituée de

deux parties. La première est parfaitement linéaire, par contre la seconde présente une non-linéarité avec une diminution progressive de la rigidité.

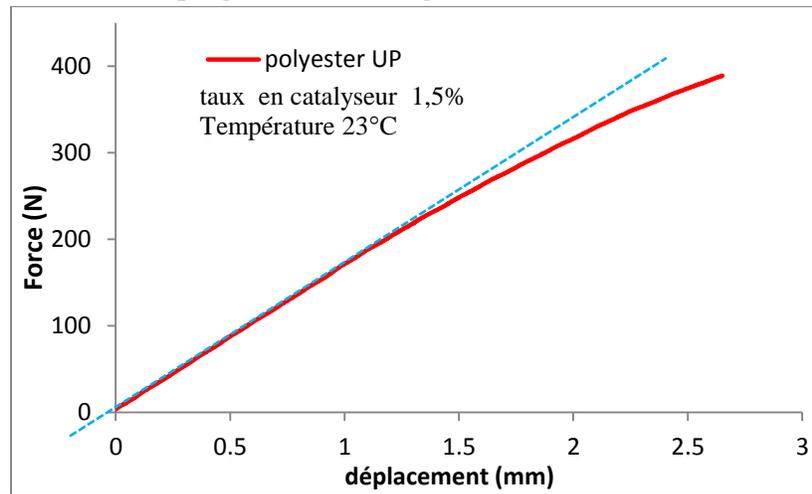


Figure V. 7 : Courbe typique d'un polyester UP soumis à la flexion trois points.

Le **tableau V-2** rassemble les valeurs moyennes de cinq éprouvettes testées. La résistance et le module de Young apparent du polyester UP en flexion sont respectivement 84,6 MPa et 3,1. Notons que les résultats obtenus sont comparables à ceux du fournisseur (**A. 2**).

	Contrainte en flexion (MPa)	Module D'Young en flexion (GPa)
Polyester UP	84,6 ±4,1	3,1 ± 0,55

Tableau V 2 : Caractéristiques mécaniques en flexion trois points de la résine polyester.

V.2 Caractérisation mécanique du renfort Diss

Les propriétés mécaniques des fibres végétales dépendent de leur composition, de l'angle microfibrillaire, de l'origine de la fibre et les conditions de l'environnement.

Une série d'essai de traction est menée sur des faisceaux de fibres Diss brutes. La longueur utile est de 100 mm. Les éprouvettes sont munies de talons pour éviter les problèmes de fixation et de serrage entre les mors. La **figure V. 8** illustre une courbe typique de contrainte-déformation d'un faisceau de fibres Diss.

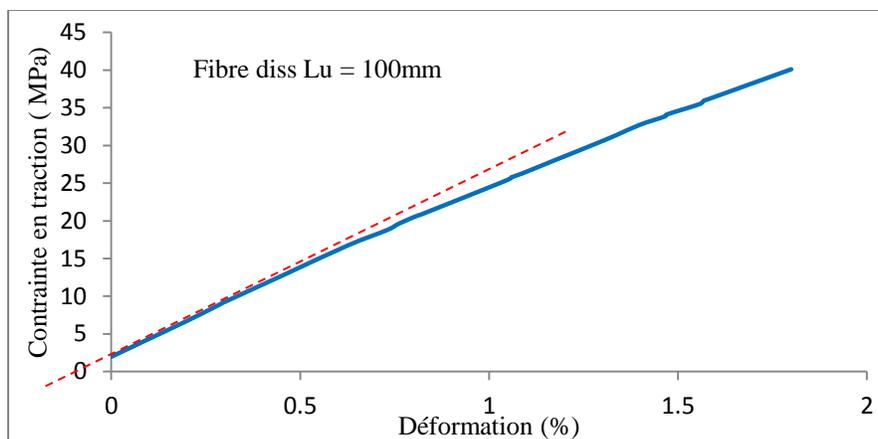


Figure V. 8 : Courbe typique (contrainte-déformation) en traction d'un faisceau fibres Diss

Le Diss présente un comportement à 2 phases. On constate une rupture de pente à une déformation de 0,8 à 1%. La première pente est linéaire et correspond à la mise en charge globale de la fibre. Elle est attribuée à l'alignement des fibrilles tordues et l'élongation des régions non-cristallines [BAL05].

La deuxième pente, légèrement incurvée, est non-linéaire. Elle présente pratiquement déformation «visco-élasto-plastique» de la fibre. Elle reflète la microstructure des fibres végétales. C'est l'alignement progressif des microfibrilles avec l'axe de traction et le réarrangement des parties amorphes dans les parois cellulaires [BAL02, THU11]. Le comportement est gouvernée principalement par la teneur en cellulose et par l'angle micro-fibrillaire. K. Bledski et al rapportent que les modes de déformation et la rupture des fibres commencent par une réorientation des microfibrilles, accompagnée d'une réduction du volume des fibrilles, de la matrice inter fibrillaire, et des espaces vides. Cette étape est suivie par le cisaillement des régions non cristallines et l'apparition de fissures. Finalement la rupture de la fibre peut se produire soit par l'éclatement de la matrice, soit par l'initiation de fissures intra fibrillaires [BLE99]. Du fait de la composition chimique et de la morphologie, la rupture des parois cellulaires diffère de celle des fibres. La paroi primaire est fragile, par contre, la paroi secondaire, beaucoup plus cristalline et orientée, est plutôt, de nature plastique et la rupture initie dans la direction latérale à partir de regroupement de fissures.

Dans le cas de la fibre Diss, l'angle des microfibrilles est relativement important d'où le taux de déformation plus important avant la rupture totale.

V.2.1 détermination de la contrainte mécanique

V.2.1.1 Influence de la section

La détermination de la section des faisceaux des fibres Diss est très délicate car elle a une forme géométrique non régulière

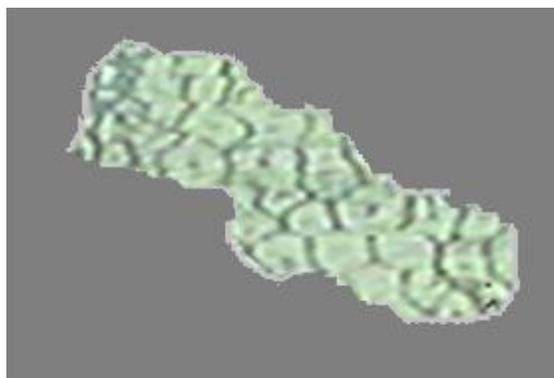


Figure V.9 : Section du faisceau de la fibre Diss rompu.

l'observation microscopique suivie d'une analyse d'image numérique par le logiciel Image J, a permis de mesurer la section du faisceau de fibres Diss.

Les résultats obtenus permettent le calcul de la contrainte à la rupture (**Tab. V.3.**)

Longueur de jauges (mm)	N ^{bres} de fibres testés	Section moyenne des fibres (μm^2)	Contrainte moyenne (MPa)
20	39	20979 ± 5383	149 ± 81.9
30	31	24325 ± 5265	133 ± 72.5
40	32	3138 ± 6008	117 ± 49.2
50	31	31456 ± 6245	111 ± 46.6
60	28	27868 ± 5520	107 ± 50.1
80	36	25844 ± 5245	104 ± 31.7

Tableau V.3 : Contrainte moyenne de Diss pour différentes longueur utiles.

Les fibres de Diss présentent de fortes variations dimensionnelles. Il s'agit d'une population de fibres dont la section varie de 0.21 à 0.31 mm². La **figure V. 10.** présente les résultats de la contrainte de rupture en traction des faisceaux de fibres Diss pour les différentes longueurs de jauge. La contrainte de rupture a tendance à décroître avec l'augmentation de la section. Les résultats montrent aussi une dispersion non négligeable. Cette dernière peut être attribuée à de nombreux facteurs tels que :

- l'incertitude de la mesure de la section rompue,
- le caractère aléatoire de la fibre lié aux différences de cristallinité de la cellulose d'une zone à une autre.
- les conditions climatiques de croissance et la méthode de la récolte et les traitements associées on note aussi qu'au cours des essais, le taux d'humidité ambiante peut modifier les propriétés de la fibre.

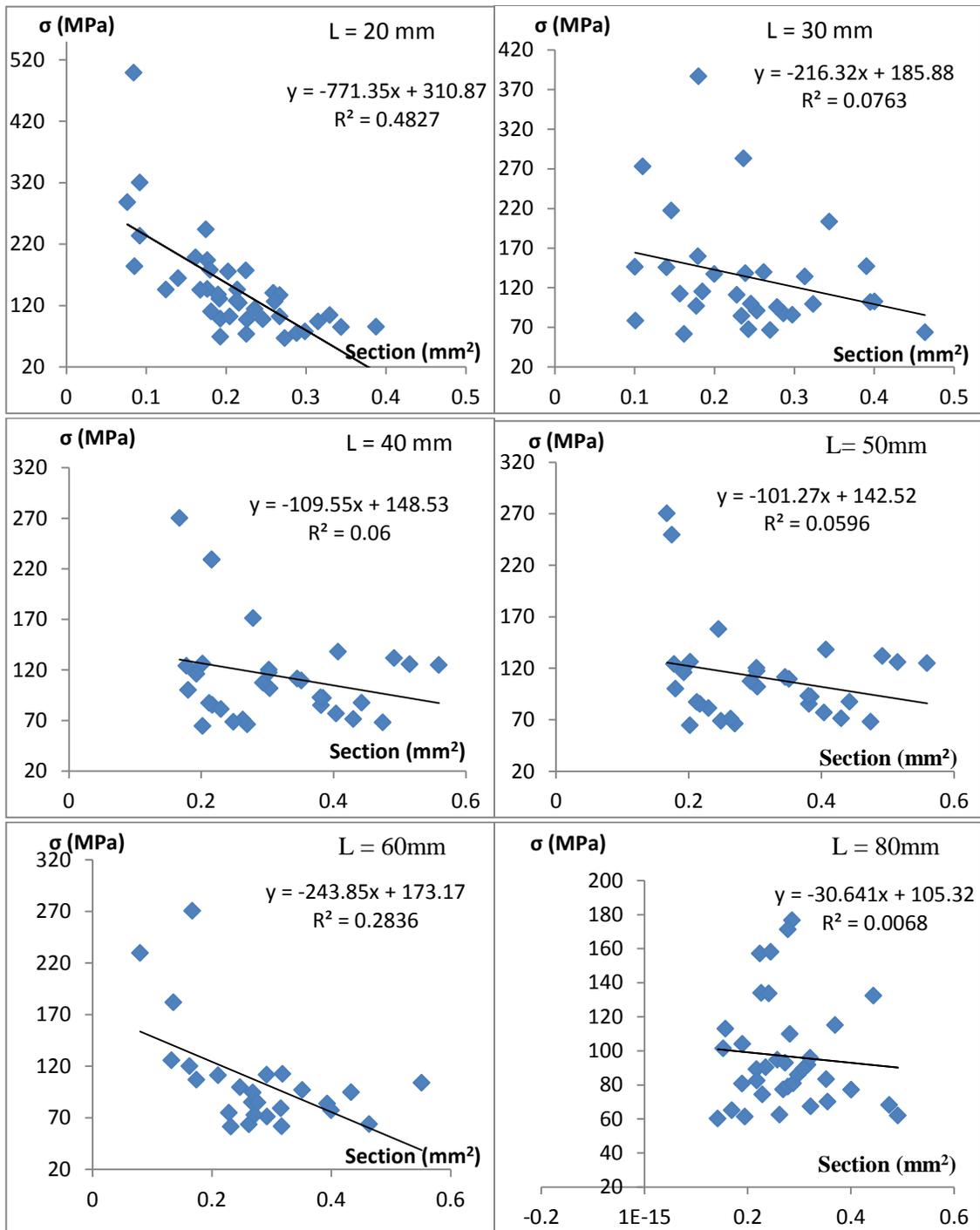


Figure V. 10 : Variation de la résistance à la rupture en fonction de la section des fibres testées pour des longueurs de gauge de (20, 30, 40, 50, 60et 80 mm)

V.2.1.2 Influence de la longueur utile des fibres

La figure V. 11 montre l'évolution de la charge en fonction de l'allongement pour les différentes longueurs de jauge des faisceaux de fibres Diss.

Pour des faibles longueurs, on observe des ruptures successives du faisceau. Cela se traduit par une baisse de la raideur après chaque chute de force (**Fig. V. 11-a et-b**). Pour les grandes longueurs de jauge, les ruptures successives n'auront pas lieu (**Fig. V. 11-c**).

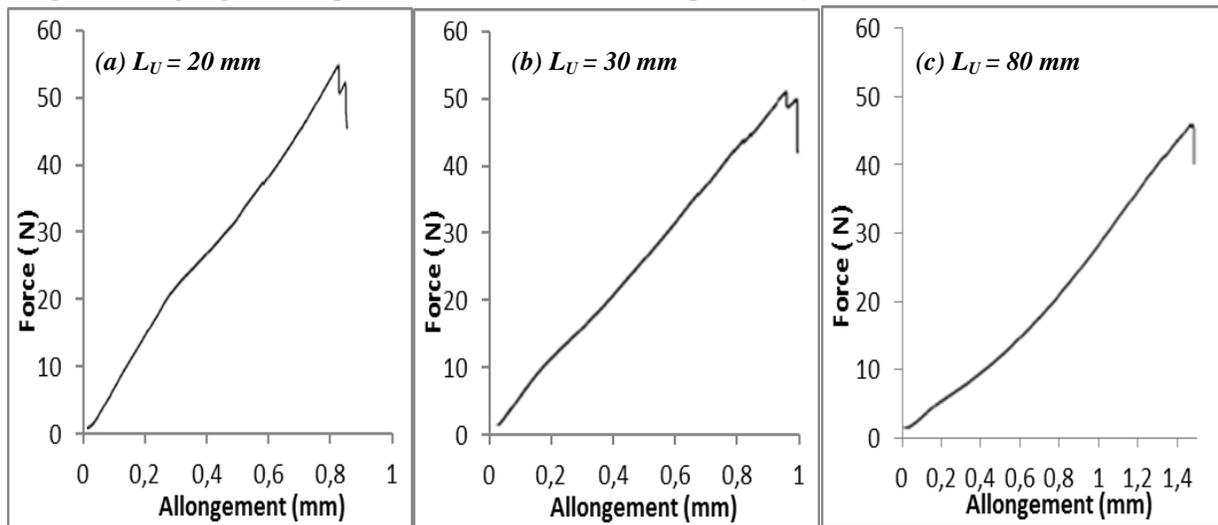


Figure V. 11 : Exemples de courbes force-allongement de faisceaux de fibres Diss à différentes longueurs de jauge:

L'évolution de la résistance moyenne des faisceaux de fibres Diss en fonction de la longueur de jauge à la **figure V. 12** la résistance en traction diminue avec l'augmentation de la longueur de jauge testée. Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistants et que le nombre et la sévérité de ces défauts augmente avec le volume (longueur) testé. De plus, le cisaillement intervient dès que la longueur utile augmente. Par opposition, aux petites longueurs utiles, on retrouve les valeurs de contrainte à rupture proche des fibres élémentaires [BAL02, CHA07]. La dispersion des valeurs est importante. Elle dépasse les 40% pour les longueurs de 20 mm. Cependant l'écart se rétrécit dès que la longueur utile des faisceaux testés dépasse environ 30 mm.

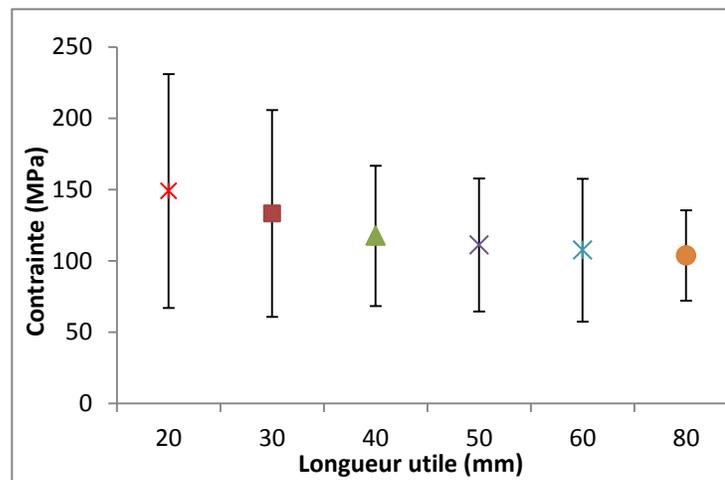


Figure V. 12 : Influence de la longueur de jauge sur la contrainte à la rupture en traction des fibres de Diss brutes

Pour une longueur de jauge de 20 mm, l'écart type enregistré sur la résistance est de 55%. Il est nettement supérieur à celui de la section 20%. Par conséquent, la rupture est due principalement aux défauts préexistants dans le volume de la fibre.

La **figure V. 13** présente l'évolution du module de Young apparent en fonction de la longueur utile. On constate une diminution du module avec l'accroissement de la longueur de jauge testée. Cette diminution est due probablement à la relaxation de l'énergie élastique emmagasinée dans l'éprouvette. Cette dernière est d'autant plus importante que la longueur de jauge est plus longue.

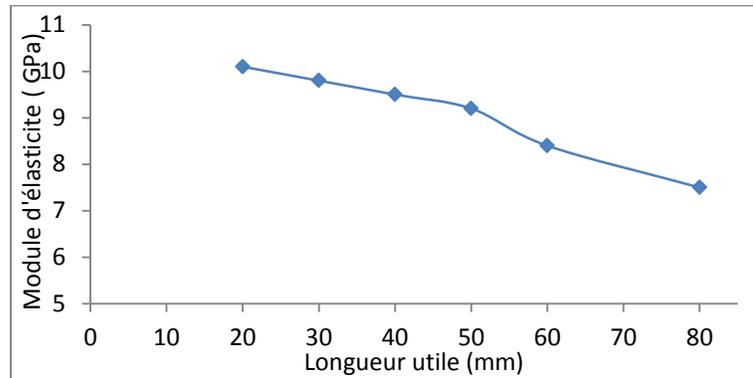


Figure V. 13 : Variation du module élastique des faisceaux de fibres Diss en fonction de L_u .

V.2.1.3 Effet de la vitesse de sollicitation

La vitesse de déformation, l'énergie élastique emmagasinée et la sévérité des défauts à travers la longueur L_u sont les trois facteurs intervenant lors de la rupture des faisceaux de fibres.

A titre indicatif, nous avons tracé l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la vitesse de sollicitation pour trois longueurs de jauges testées (**Fig. VI. 14- a**) malgré la dispersion des valeurs obtenues, on constate que la vitesse de sollicitation n'a pas d'influence notable sur la contrainte à la rupture pour les différentes longueurs utiles testées.

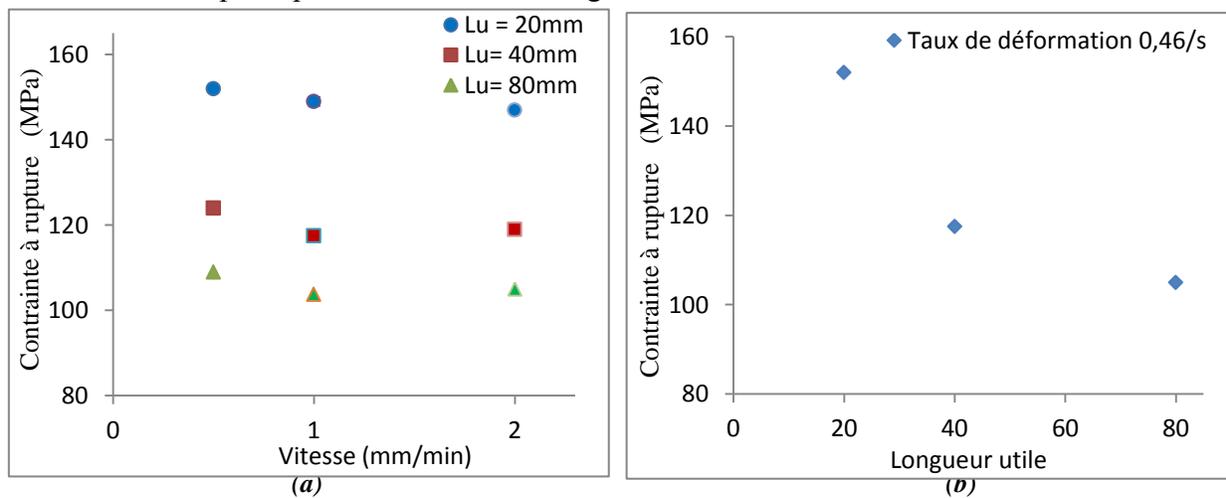


Figure V 14 : Effet des longueurs utiles de fibres Diss sur la contrainte à rupture. Pour différentes vitesse d'essai de traction (a) et pour un taux de déformation constant(b).

Pour un taux de déformation constant (0,46/s), la contrainte à la rupture évolue avec la variation de la longueur utile (**Fig. V. 14-b**). Plus la longueur de jauge augmente, la contrainte à la rupture diminue. Bien que la rupture des fibres soit gouvernée par le volume de la jauge testée, il semble que le taux de déformation contribue aussi d'une manière relativement négligeable. La dissociation des différents paramètres nécessite une étude complémentaire. Certains auteurs préconisent de négliger l'effet du taux de déformation [ZAF07]. Donc la contrainte à la rupture ne peut être significative sans un traitement statistique des résultats en fonction des longueurs de jauges testées.

V.2.1.4 Traitement statistique des résultats de contraintes

Lors des essais de traction effectués sur les fibres, nous avons constaté que :

- La contrainte ultime est fortement dispersée. Cette dispersion impose la réalisation de nombreux essais afin de pouvoir déduire une résistance moyenne ou une distribution des probabilités de rupture en fonction de la contrainte appliquée.

- La contrainte ultime moyenne dépend du volume des fibres sollicitées. Cela provient de l'initiation et la propagation des défauts préexistants.

L'approche statistique permet de décrire le comportement par une loi de distribution afin d'estimer les caractéristiques mécaniques moyennes du matériau.

L'approche probabiliste propose de décrire la rupture en termes d'homogénéité et de sévérité des défauts. Dans le cas des matériaux fragiles, la statistique de Weibull appliquée conjointement avec la méthode du maximum de vraisemblance est la plus adéquate (**A.1**). Donc nous avons utilisé la loi de Weibull pour décrire le comportement fragile des fibres végétales Diss. Concrètement les contraintes à rupture obtenues pour une même longueur de jauge sont classées par ordre croissant et une probabilité de rupture leur est associée.

a- Modélisation de la contrainte par la distribution de Weibull à deux paramètres (m, σ_0).

La **figure V.15** présente à titre d'exemple la probabilité de rupture des fibres de longueurs ($l_u = 50$ mm). La droite d'ajustement de Weibull est obtenue par la méthode des maximum des vraisemblables. On constate qu'il y a un certain écartement entre la droite et les points expérimentaux. La densité de probabilité quant à elle présente une certaine commodité avec la simulation de la fonction de densité de Weibull. On signale la présence de deux pics de l'histogramme qui dépasse largement la courbe enveloppe de la distribution d'un côté et de l'autre de la valeur moyenne (**Fig. V.16**). De même, le changement de pente observée implique que la rupture est due à deux catégories de défauts. Cela conduit à introduire la fonction de Weibull bimodale pour le traitement des données.

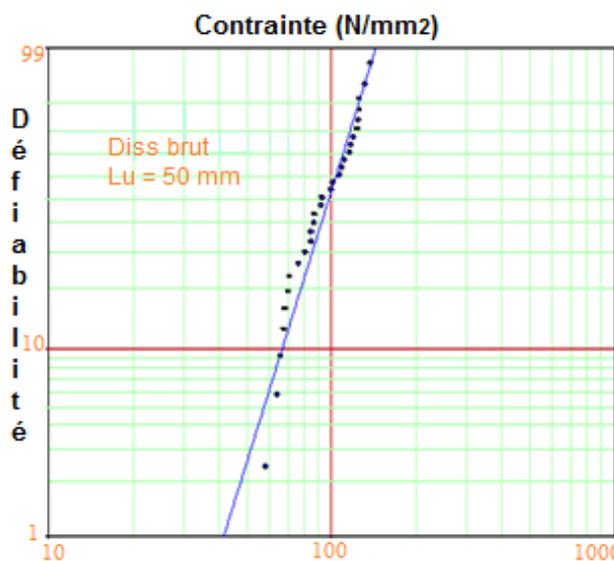


Figure V. 15 : Défiabilité de rupture des fibres Diss brutes (Weibull à deux paramètres)

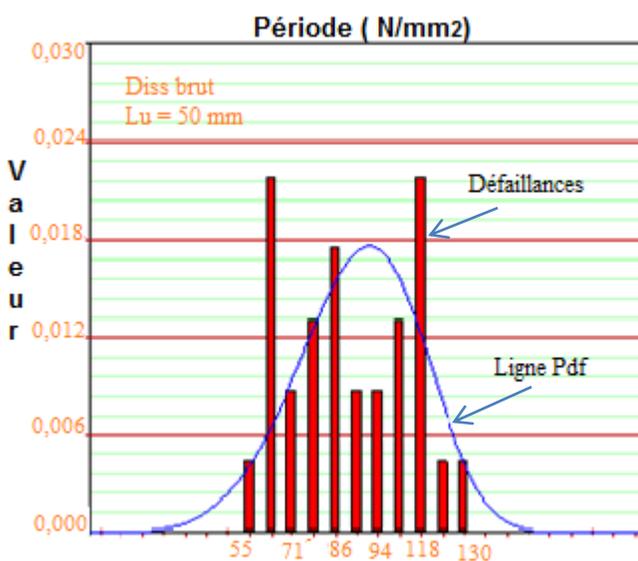


Figure V. 16 : Histogramme F/S des fibres brutes (Weibull à deux paramètres)

L'étude est élargie pour les échantillons de longueur utile (20, 30, 40, 60 et 80 mm). Les valeurs des paramètres de Weibull obtenus sont présentées dans le **tableau V. 4**. On note que les longueurs utiles les plus élevés conduisent à des résistances plus faibles. Ainsi, qu'il y a une augmentation significative de la contrainte de normalisation (σ_0) par rapport à celles obtenues expérimentalement. Cela indique que la distribution de la contrainte tend vers des valeurs supérieures à la contrainte moyenne. On note également une légère amélioration du module de Weibull (m) avec la diminution de la longueur utile. Le coefficient de corrélation confirme ce résultat.

Long de gauges (mm)	Nombre d'échantillons	σ moyenne (MPa)	σ de Normalisation (σ_0) (MPa)	Module de Weibull (m)	R ² (%)
20	39	149 ± 81	161.7	2.96	92,35
30	31	133 ± 72	144.5	2,93	91,32
40	32	118 ± 49	127.4	2.85	90.78
50	31	111 ± 46	119.7	2.86	89.66
60	28	108 ± 50	118.3	2.84	89.97
80	36	104 ± 31	113.2	2.73	82.42

Tableau V. 4 : Paramètres de Weibull (2 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs.

Les courbes de Weibull unimodal obtenus pour les différentes longueurs (20, 30, 40, 50, 60 et 80 mm) sont présentées dans la **figure V.17**. La résistance des fibres a tendance à diminuer avec l'augmentation de la longueur utile. Le module de Weibull est compris entre 2,73 et 2,96.

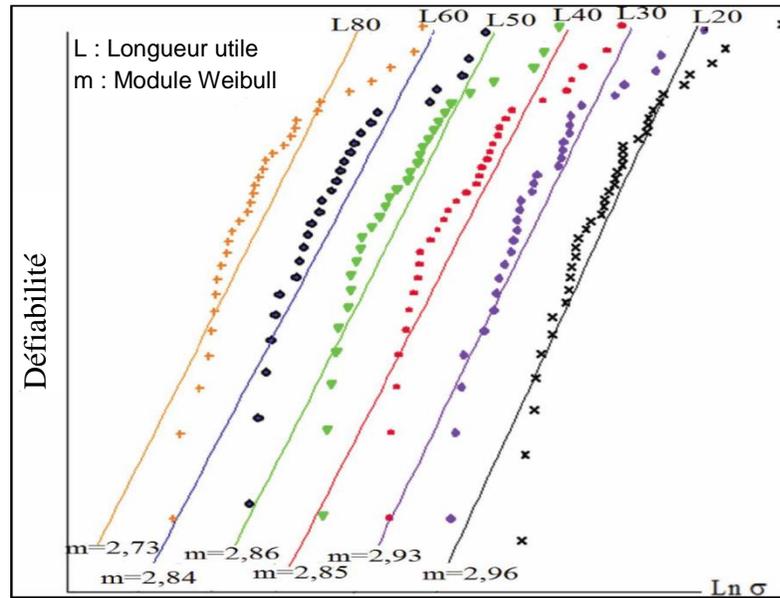


Figure V. 17 : Courbe de distribution de Weibull des fibres de Diss pour différentes longueur utile.

La résistance moyenne est fonction des paramètres d'échelles et de formes de la fibre. Par conséquent, si l'on connaît ces paramètres, la résistance moyenne peut être calculée par l'équation (III.13) pour n'importe quelle longueur de gauge.

La figure V.18 présente l'évolution de la résistance moyenne en fonction de la longueur utile. Les contraintes à la rupture la courbe de tendance d'équation $\sigma_m = 367.16 \cdot L^{-0.304}$. Le coefficient de corrélation ($R^2 = 0,973$) confirme une bonne approximation entre les données expérimentales et la courbe de tendance de Weibull à deux paramètres prédite pour les différentes longueurs de jauge. La confrontation de l'équation de tendance de la courbe avec l'équation (III.13) permet d'avoir les paramètres de Weibull de forme et d'échelle, qui sont 3.289 et 367.16 MPa respectivement. Par conséquent, les contraintes moyennes de traction sont calculées (tab V. 5).

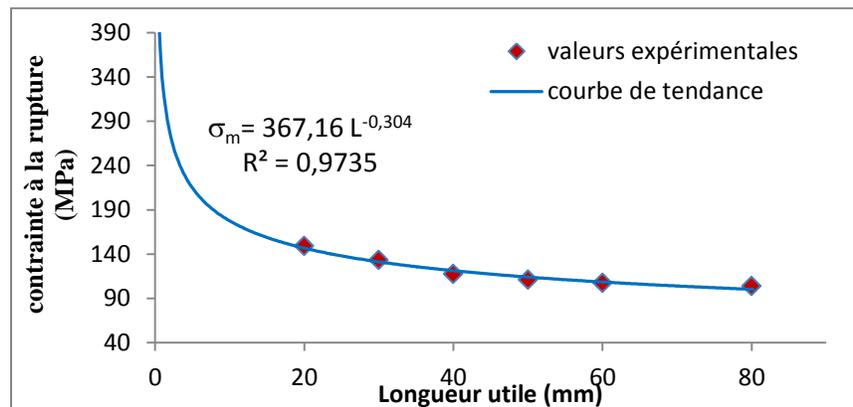


Figure V.18 : Dépendance entre la résistance à la traction et la longueur utile des fibres Diss (line correspond à l'équation (III. 3))

Longueur utile Lu (mm)	20	30	40	50	60	80
Contrainte moyenne de Weibull (MPa)	147	130	120	112	106	97

Tableau V.5 : Contraintes moyennes en traction des fibres Diss calculées (Weibull à 2 paramètres)

b- Modélisation de la contrainte par la fonction de distribution de Weibull à trois paramètres (m, σ_0 , σ_u)

Dans le cas où la rupture ne se produit qu'à une contrainte seuil non nulle, la distribution de Weibull est modifiée par l'ajout d'un troisième paramètre $\sigma_u \neq 0$.

Les figures V.19 et V.20 présentent respectivement la défiabilité de rupture et la fonction de densité pour une distribution à trois paramètres. On constate un léger décalage vers les plus faibles contraintes. Le module m et le facteur d'échelle σ_0 sont pratiquement identiques à ceux de l'hypothèse précédente.

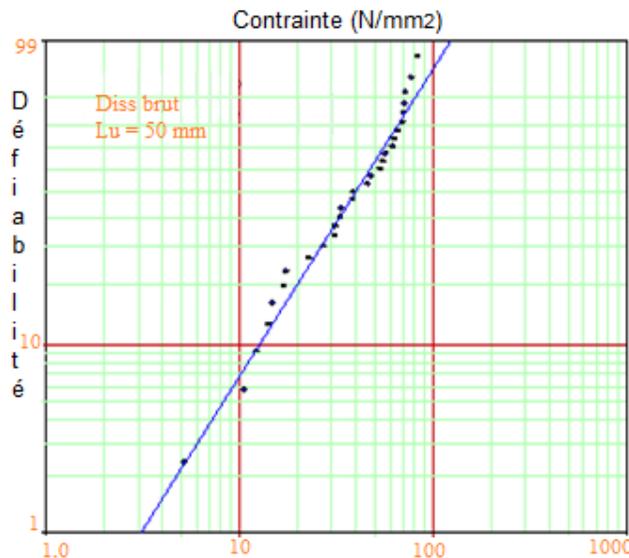


Figure V. 19 : Défiabilité de rupture de fibre Diss brute distribution de Weibull à trois paramètres

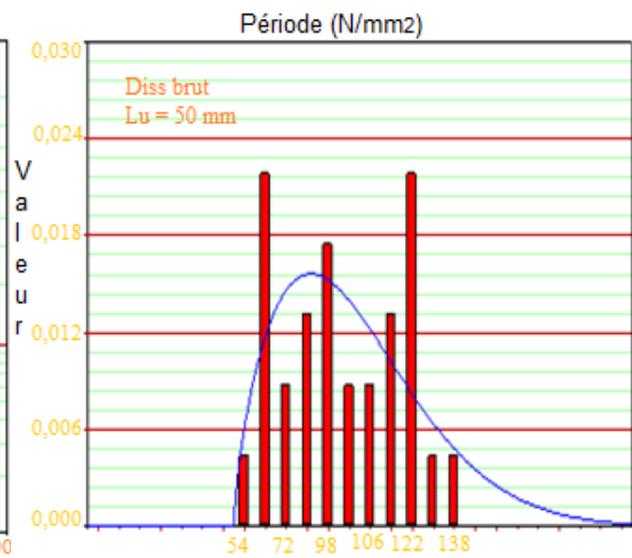


Figure V. 20 : Histogramme F/S des fibres brutes (Weibull à trois paramètres)

Les valeurs des différents paramètres de Weibull sont présentées (tab V.6). Ces valeurs sont nettement inférieures par rapport au cas précédent. Le paramètre d'échelle σ_0 diminue avec l'augmentation de la longueur utile.

Lu (mm)	m	σ_0 (MPa)	σ_u (MPa)	χ^2 (%)
20	1.71	129.54	24.32	0.10
30	1.99	141.89	0.818	0.31
40	1.47	51.90	54.94	0.26
50	1.65	49.40	53.76	0.06
60	1.93	101.92	10.33	0.68
80	2.47	85.33	21.72	0.49

Tableau V. 6 : Paramètres de Weibull (3 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres Diss brutes de différentes longueurs.

c- Modélisation de la contrainte par la fonction de distribution bimodale de Weibull

Le changement de pente observée sur les courbes de résistance à distribution unimodale, implique que la rupture est due à deux types de défauts. Cela conduit à proposer une distribution bimodale pour le traitement des données. L’ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode du maximum de vraisemblance.

La **figure V. 21** montre que les résistances s’ajustent convenablement à la distribution de Weibull bimodal. Ceci est confirmé par la densité de probabilité qui enveloppe l’histogramme des résistances (**Fig. V. 22**). Ces résultats sont pratiquement similaires à ceux des fibres de lin qui suivent une distribution bimodale [ZAF07].

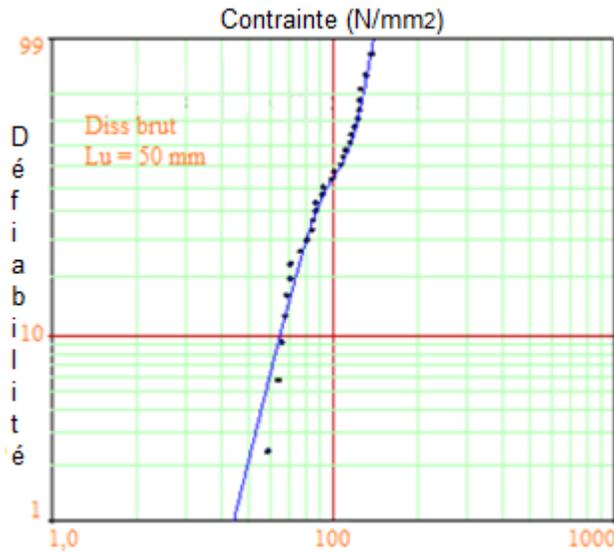


Figure V. 21: Défiabilité de rupture des fibres Diss brutes (distribution de Weibull bimodale)

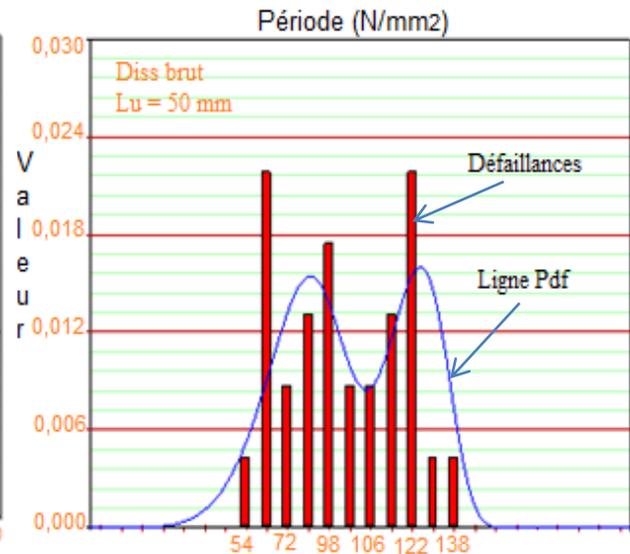


Figure V. 22 : Histogramme F/S des fibres Diss brutes (distribution Weibull bimodale)

Les valeurs des différents paramètres de Weibull sont groupées dans le **tableau V. 7**. La première population de défauts représente 70% du lot. Le module de Weibull est nettement supérieur à celui de la deuxième population. Cela montre que la dispersion des défauts de la deuxième population est plus grande.

L_u (mm)	m_1	m_2	σ_{01} (MPa)	σ_{02} (MPa)	α_1	α_2	χ^2 (%)
20	3,00	2,03	130,22	265,90	0,79%	0,21%	0,01
30	3,047	2,314	250,943	250,94	0,76%	0,24%	0,02
40	3,26	2,25	281,25	288	0,72	0,28	0,12
50	3,53	5,03	82,50	123,06	0,61%	0,39%	0,06
60	4,207	0,991	98,178	162,540	0,77%	0,23 %	0,12
80	7,36	3,007	86,32	129,66	0,74%	0,26%	0,01

Tableau V.7: Paramètres de Weibull (bimodale) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs

d- Comparaison entre les trois types de modélisation

La **figure V.23** présente une comparaison des résultats selon les trois types de modélisations. La distribution bimodale est la plus proche des résultats expérimentaux. Cela nous conduit à prédire que la rupture des fibres végétales de Diss brutes est due à deux types de défauts. Par conséquent, la distribution de Weibull bimodale de la résistance moyenne est la plus représentative.

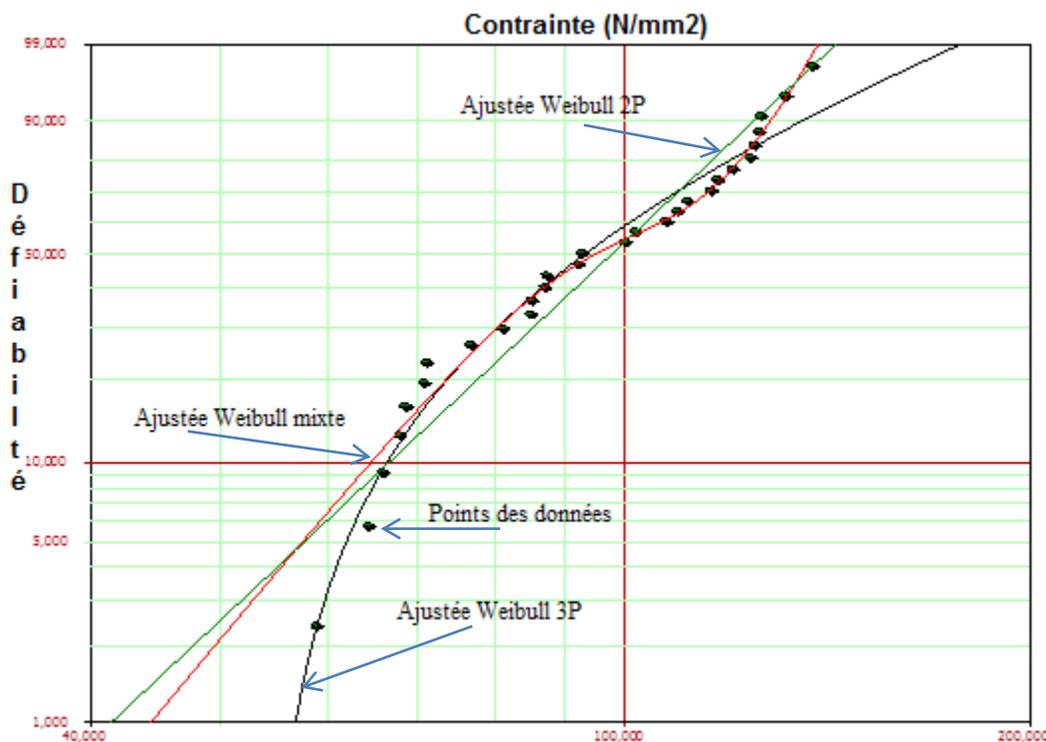


Figure V. 23 : Comparaison entre les trois types de modélisation de la défiabilité de rupture ($L_u=50$ mm)

V.2.2 Effet du traitement alcalin sur la contrainte mécanique des fibres Diss

Les résultats montrent que la résistance des fibres Diss est gouvernée par deux populations de défauts. Néanmoins, un traitement adéquat des fibres peut permettre la distinction entre les deux types de populations et de confirmer l'existence ou non des deux derniers. La sélection physique ou un traitement chimique peut conduire à la dissociation des deux types de populations.

Dans notre cas, nous avons effectué un traitement chimique par la soude NaOH. Notons que le traitement à la soude produit des phénomènes de quatre natures plus ou moins interdépendants : le gonflement, la solubilisation, la mercerisation et la dégradation. Ces phénomènes dépendent de la concentration en soude, de la température et du temps de traitement.

V.2.2.1 Effet du temps de traitement

Les fibres Diss d'une longueur utile de 50 mm, ont subi un traitement alcalin à 5% NaOH. Le temps de traitement varie de deux heures à plus de 50 heures. La **figure V. 24** montre l'évolution

de la résistance à la traction en fonction du temps de traitement. La résistance moyenne à la rupture des fibres traitées montre une très nette amélioration. Selon Valdez et al., le traitement alcalin augmente la rugosité de surface et la quantité de cellulose exposée sur la surface de la fibre. Et par conséquent, l'augmentation du nombre de sites de réaction possible (groupes -OH) [VAL99]. Donc, le traitement alcalin a un effet durable sur le comportement mécanique des fibres, en particulier sur la résistance et la rigidité des fibres.

Au bout de 2 heures de traitement, la résistance à la traction des fibres Diss est maximale. Elle augmente de 40%. M. E. H. Bourahli et al. ont montré que cette dernière est due à l'amélioration de la cristallinité de la structure cellulose de la fibre Diss [BOU13]. De même, P. Saha et al. ont montré qu'un traitement alcalin (6% NaOH) de 2h augmente de 65 % la résistance à la traction des fibres de lin [SAH 10].

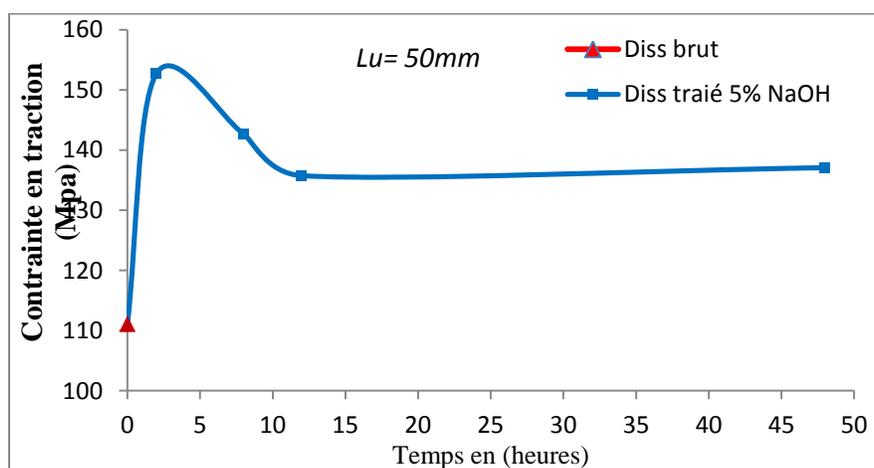


Figure V.24 : Evolution de la résistance à la rupture des fibres Diss en fonction du temps de traitement alcalin

Au-delà de 2h, toute prorogation du temps de traitement conduit à l'affaiblissement de la fibre Diss. Cette diminution est due probablement à l'élimination partielle des substances cimentaires, traduisant ainsi une légère perturbation de la chaîne de cellulose. L'extraction excessive de ces composants provoque une chute néfaste vis-à-vis du comportement mécanique de la fibre. Cette chute est accompagnée par la modification de la structure de cellulose (transition de cellulose I en cellulose II) avec une augmentation des régions amorphes [BUS06]. Toutefois, la résistance demeure toujours supérieure à celle des fibres non traitées.

Au-delà de 12 heures de traitement, on assiste à un palier où la résistance présente une augmentation de 20% par rapport aux fibres non traitées. On rapporte que les longues durées de traitement en soude réduisent le taux de cristallinité et induisent aussi la transformation de cellulose I en cellulose II amorphe [BAL06, OUA05]. Toutefois, la phase de dégradation de la fibre n'est pas encore atteinte.

V.2.2.2 Aspect statistique

Lors des essais de traction sur les fibres traitées, les résultats obtenus présentent le même caractère que celui des fibres brutes avec une dispersion notable. La même procédure est suivie qu'au par avant.

a- Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à deux paramètres (m, σ_0)

La figure V. 25 permet d’apprécier la qualité d’ajustement des résistances. On remarque que les valeurs expérimentales sont relativement éloignées de la droite. Pour la fonction de densité en remarque un décalage vers les petites valeurs.

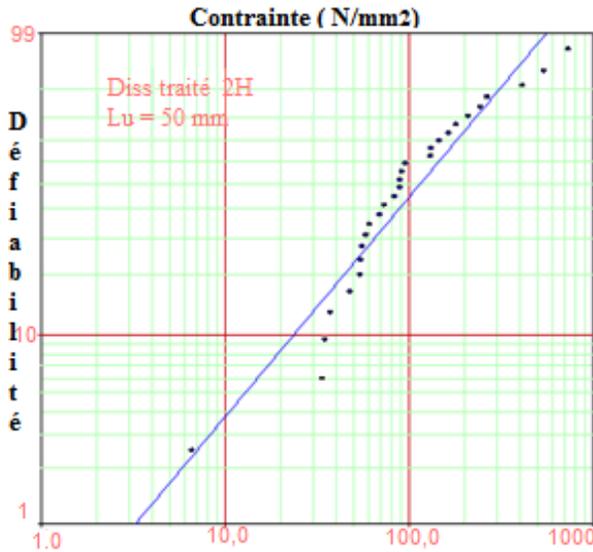


Figure V. 25 : Défiabilité de rupture de fibre Diss distribution de Weibull unimodale 2P

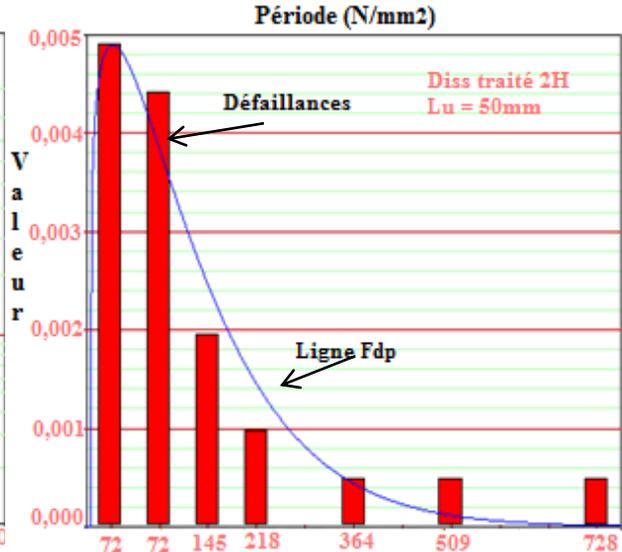


Figure V. 26: Histogramme D/S (distribution de Weibull unimodale 2P)

b- Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres (m, σ_0, σ_u)

La figure V.27 présente la modélisation des résultats expérimentale par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres. On constate qu’il y a un écartement entre les valeurs et la droite de modélisation. Le module de Weibull et le paramètre d’échelle sont pratiquement identiques à ceux de l’hypothèse à deux paramètres.

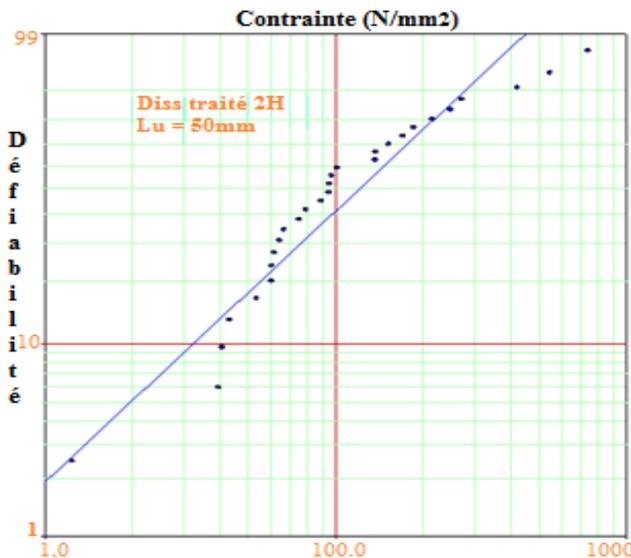


Figure V. 27 : Défiabilité de rupture de fibre Diss distribution de Weibull unimodale 3P

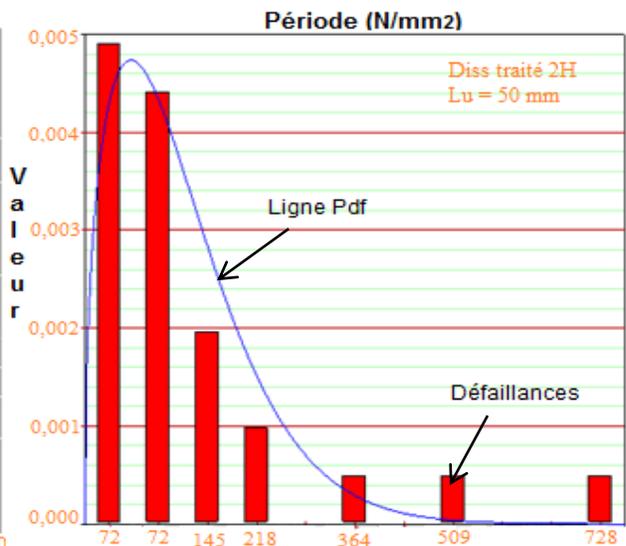


Figure V. 28: Histogramme D/S (distribution de Weibull unimodale 3P)

c- Modélisation des résultats par la distribution de Weibull bimodale ($m_1, m_2, \sigma_{01}, \sigma_{02}$)

La figure V.29 montre que le module de Weibull des fibres vierges pour les deux populations est supérieur à celle des fibres traitées. De plus, elle indique que les données de résistance ne s’ajustent pas à la distribution bimodale de Weibull.

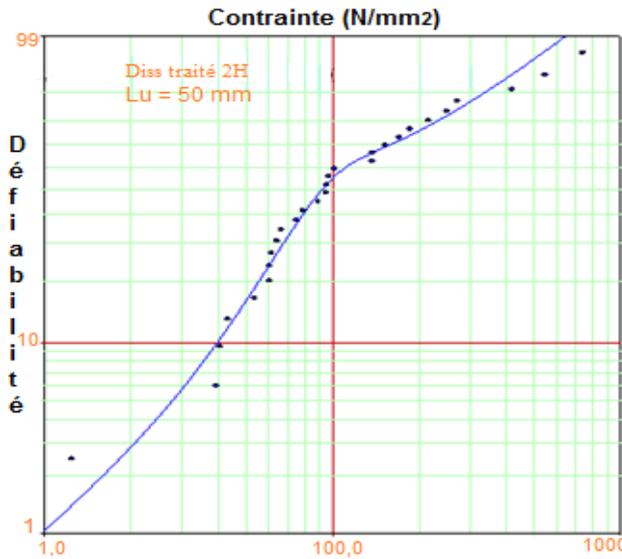


Figure V. 29 : Défiabilité de rupture de fibre Diss
distribution de Weibull biimodale

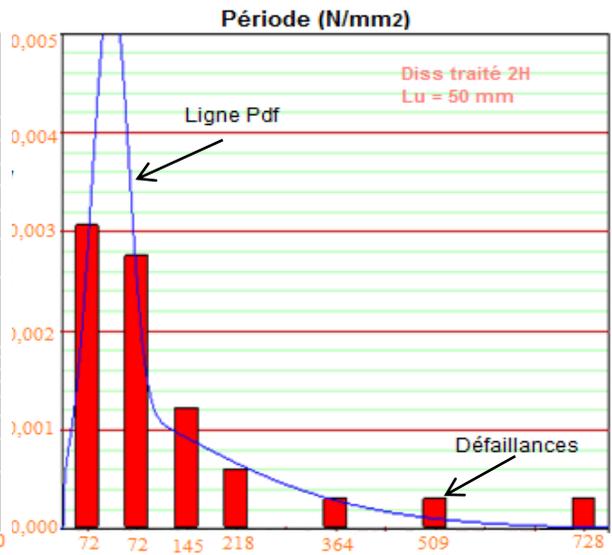


Figure V. 30: Histogramme D/S) (Weibull distribution de biimodale)

d- Comparaison entre les trois types de modélisation

La figure V. 31 présente la comparaison entre les trois types de modélisation de la résistance de la fibre brute et traitée. On remarque que les fibres vierges et les fibres traitées ont des comportements similaires. L’approche bimodale est la plus adéquate avec les données de résistances expérimentales.

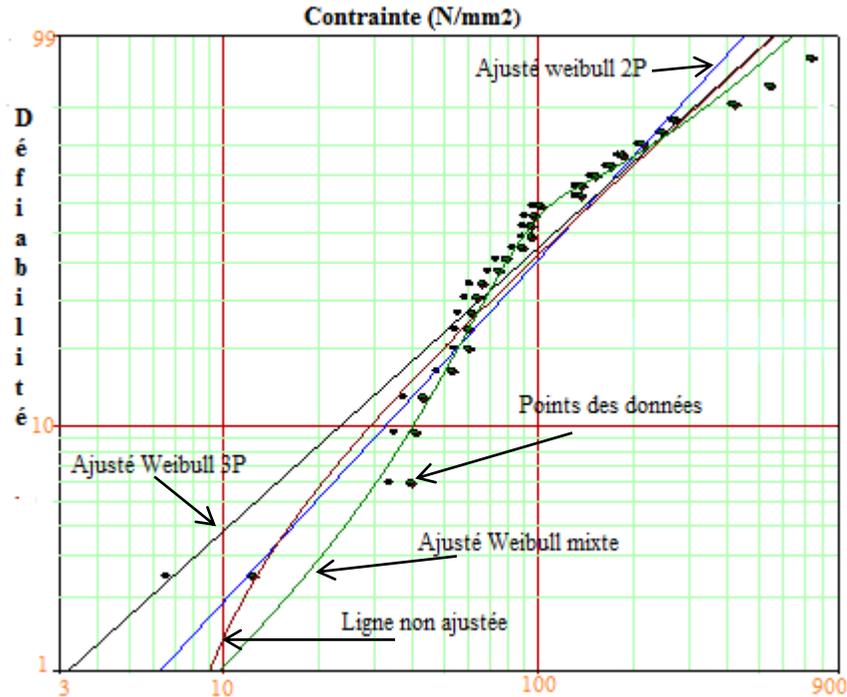


Figure V. 31 : Défiabilité de rupture de fibre Diss traitées pendant 2h, Lu=50mm. Comparaison entre les trois types de modélisation

Le traitement statistique des données expérimentales de résistance des fibres traitées, nous a permis de déterminer les valeurs de différents paramètres des distributions unimodale (2 et 3 paramètres) et bimodale. Les résultats sont présentés sur le **tableau V.8**.

Le traitement de surface par la soude n’a pas une influence notable sur les. On peut dire du moins pour l’instant que le traitement chimique des fibres n’a pas permis la distinction entre les deux types de populations de défauts. Nous pouvons prédire que les défauts de surface ne sont pas affectés par le traitement ou les défauts sont des défauts en volume.

Paramètres de Weibull		α_1	m_1	σ_{01}	α_2	m_2	σ_{02}	$\chi^2 \%$
Unimodale	2P	Fibres brutes		2,86	119,7			0,04
		T 2h		1,43	155,82			0,22
	3P	Fibres brutes		1,65	49,40			53,76
		T 2h		1,18	154,56			5,82
Bimodale	Fibres brutes	0,51	3,53	82,50	0,49	5,03	123,06	0,06
	T 2h	0,42	3,29	78,98	0,58	1,30	221,11	0,06

Tableau V. 8 : Paramètres de Weibull issu de la modélisation de la rupture des fibres Diss traitées.

V.2.3 Détermination du module d'élasticité de la fibre Diss

A partir des courbes contrainte-déformation les modules d'élasticité des fibres brutes et traitées à la soude sont déterminés.

La **figure V.32** présente la variation du module élastique des fibres diss en fonction du temps de traitement. On assiste à une augmentation du module de young de 9,1 GPa pour des fibres brutes à 11,2 GPa pour des fibres traitées pendant 2h. Cette augmentation est attribuée à la réarrangement et l'amélioration de la cristallinité de la cellulose. Tout prolongement ultérieur du temps de traitement provoquera la chute progressive du module pour atteindre une valeur minimale de 7,7 GPa pour un traitement de 48h. La fibre perd ces caractéristiques mécaniques à cause de la dissolution excessive de l'hémicellulose et de la lignine. Ces deux constituants jouent le rôle de la matrice qui enrobe et consolide la cellulose l'élément structurant le plus rigide de la fibre.

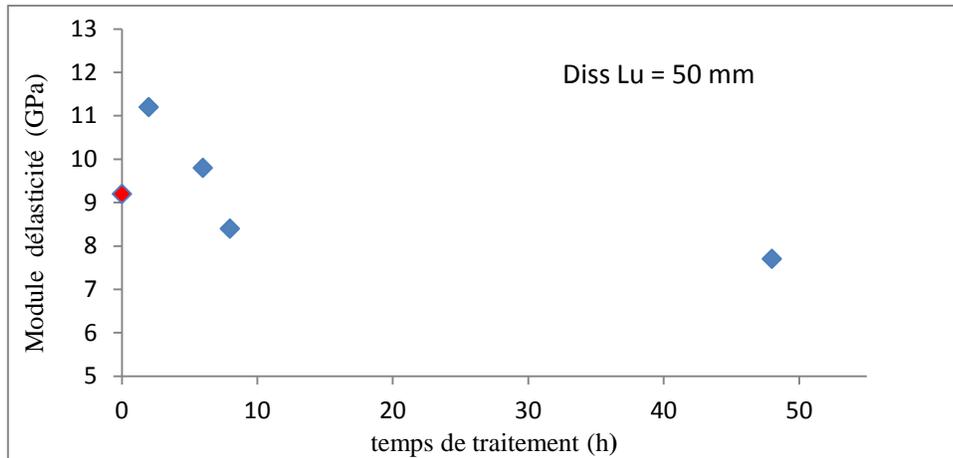


Figure V.32 : Variation du module d'élasticité en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH)

V.3 Caractérisation mécanique du renfort jute et verre

V.3.1 Renfort verre

A titre de comparaison, nous avons effectué des essais de traction sur des torons de fibres de verre E extraites manuellement de mèches de renforts tissés.

La **figure V. 33** montre le comportement des fibres de verre E en traction. Elles présentent un comportement quasi-linéaire jusqu'à rupture.

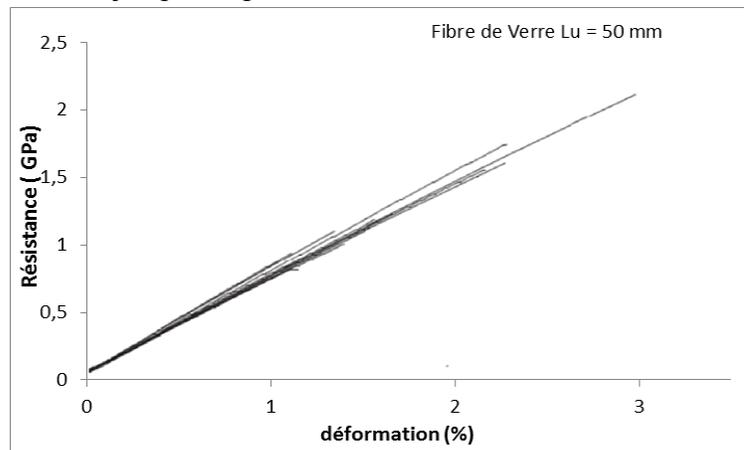


Figure V. 33 : Courbes résistance déformation en traction d'un toron de fibre de verre.

Les propriétés moyennes sont rassemblées dans le **tableau V. 9**. On constate que les valeurs sont dispersées avec des taux de variation de 6 % pour le module d'élasticité et de 2,3 % pour la contrainte et la déformation à rupture. Le module moyen, de l'ordre de 72 GPa, est proche des données de la bibliographie. En revanche, les propriétés à rupture des fibres de verre E ont des valeurs beaucoup plus faibles (en moyenne moins de 30 %). La diminution des performances à rupture observée peut être attribuée aux défauts liés au tissage et à l'extraction des torons de renforts.

Longueur utile (mm)	E (GPa)	σ rupture (GPa)	σ à rupture (%)
50 mm	$70 \pm 4,8$	$1,8 \pm 0,4$	$2,5 \pm 0,5$

Tableau V. 9 : Propriétés moyennes des fibres de verre E

V.3.1 Renfort Jute

Les écheveaux de fibres de jute testées sont extraits manuellement de tissu de renforts. Les courbes présentent un comportement élastique jusqu'à la rupture (**Fig. V.34**). Ce comportement se manifeste aussi bien dans le sens chaîne que dans le sens trame. La seule différence réside dans le niveau de la charge à la rupture. Cette dernière est de l'ordre de 50 N pour les fibres extraites suivant le prolongement sens chaîne et 40 N suivant le sens trame. La différence enregistrée entre les deux sens (chaîne et trame) est due essentiellement à la variation du diamètre et le mode de tissage de l'écheveau.

Notons que le début de la courbe correspond à l'alignement de la torsion de tissage des fils constituant l'écheveau de jute et du glissement de celles-ci les unes par rapport aux autres. En effet, les fils torsadés tendent à devenir droit, plus l'angle de torsion est grand plus l'allongement est important.

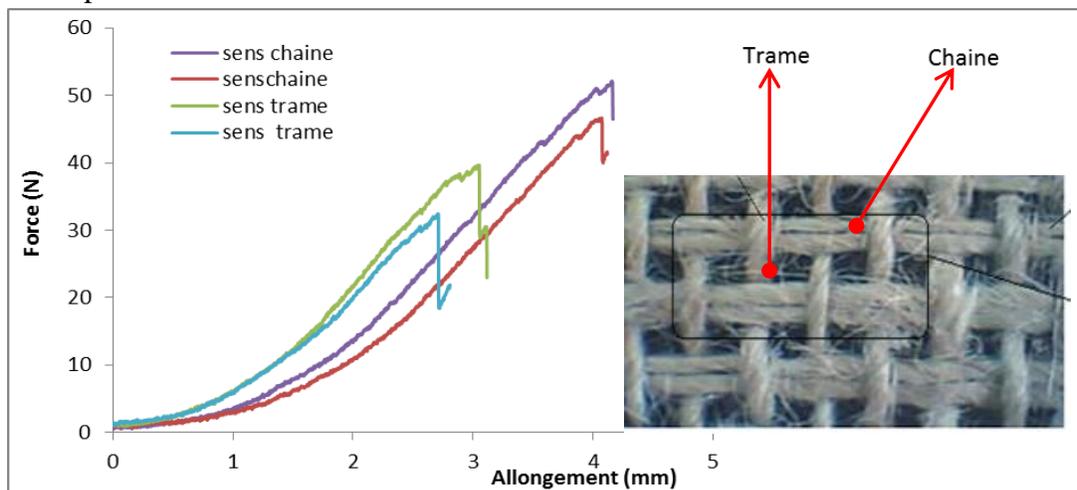


Fig. V. 34: Exemple d'une courbe force allongement en traction d'un toron de jute

Nous avons rassemblé les propriétés mécaniques des écheveaux de jute dans le **tableau V. 10**. On constate que la contrainte à la rupture présente une dispersion relativement importante.

La résistance à la rupture moyenne de l'écheveau de jute est de l'ordre de 260 MPa. On remarque que cette valeur est faible comparativement à celle de la bibliographie. La résistance à la traction de la fibre unitaire de jute non traitée est de 700 MPa [LOA06]. Cette différence est due à la différence des éprouvettes utilisées.

Cependant, le module de Young apparent suivant la trame est meilleure.

Jute	Module d'élasticité (GPa)	Contrainte à rupture (MPa)	déformation à rupture (%)
Sens chaîne	10,3±1,1	267,7±75,1	4 ±0,2
Sens trame	11,8 ±1,4	247,2±64,8	2,9±0,3

Tableau V. 10 : Propriétés mécaniques de l'écheveau de jute

Les différents facteurs susceptibles d'influencer le comportement mécanique de ces composites sont examinés. Le taux d'adsorption d'eau et de la densité apparente sont déterminés. Ensuite, le comportement mécanique est évalué en fonction de la variation du taux du renfort. L'action d'un traitement alcalin des fibres naturelles pour améliorer l'interface fibre - matrice est considérée. On s'intéresse également à l'identification du comportement dynamique par fatigue sous impacts répétés des composites élaborés.

VI.1 Caractérisation Physico-chimique des composites élaborés

Trois familles de composites sont préparées sur la base de trois fibres Verre (FV-mat), Diss (FD-mat), et Jute (FJ-tissu).

La caractérisation Physique de ces composites est évaluée en termes de densité et de résistance à l'absorption d'eau. Il s'agit d'étudier l'influence des conditions de vieillissement à l'eau sur la densité des composites. On détermine les taux et l'interprétation des cinétiques d'absorption de nos matériaux les mêmes conditions de vieillissement.

VI.1.1 mesure de porosité

Selon le procédé de mise en œuvre, le taux de porosité des composites se situe entre 1 et 10%. Un taux de porosité élevé se traduit essentiellement par d'importantes chutes de propriétés mécaniques.

La **figure VI. 1** montre les proportions de fibres, de la matrice et les porosités au sein des différents composites élaborés. En effet, le taux de porosité dans les composites dépend de la teneur de la résine et le taux, l'orientation et le type du renfort. Dans les différents composites, la porosité est inférieure à celle tolérée ($\approx 10\%$). Ces taux de porosité traduit une bonne compacité des composites. Dans le cas des composites à fibres de verres, la porosité est minimale (3,1%). Cela est dû à la bonne mouillabilité des fibres. Quant au composite à renfort Diss, la porosité atteint 9,8%. Cette porosité provient essentiellement des vides dans les fibres elles-mêmes et la tension superficielle entre les fibres et la matrice. On note aussi que le traitement à la soude (5%) et la nature du renfort influent sur le taux de porosité dans le composite. L'utilisation d'un traitement alcalin des fibres Diss réduit le taux de porosité de 34%. Cela est dû à l'amélioration de la surface et la mouillabilité des fibres par le traitement NaOH.

Il est à noter que la reprise d'humidité des fibres et la manipulation des plis mats est relativement contribue à l'élévation de la porosité.

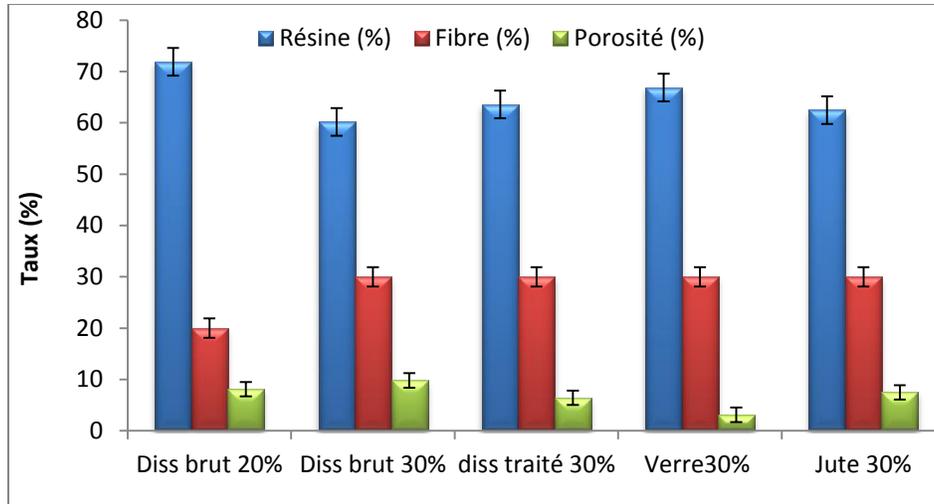


Figure VI.1 : Taux de porosité en relation des pourcentages de fibres et de matrice des composites élaborés.

Les pores ou plutôt les bulles d’aires sont distribuées d’une manière aléatoire (Fig. VI.2).

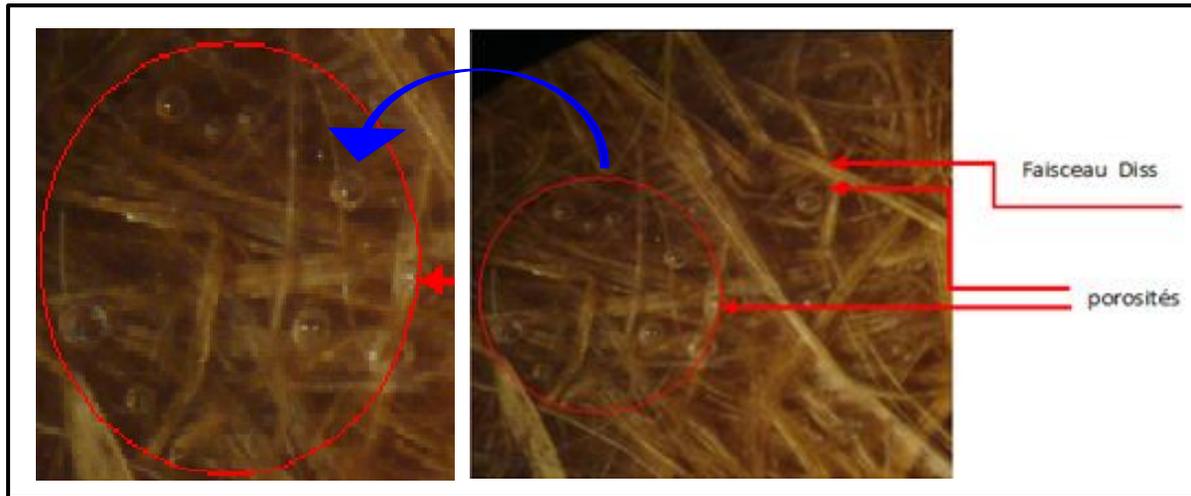


Figure VI.2 : Porosités sur la surface du composite FD-mat 30%.

VI.1.2 Mesure de densité

Les composites à renfort végétale se caractérisent par de faible masse volumique par rapport au composites synthétiques. Le **tableau VI.1** présente les densités apparentes des composites élaborés. La masse volumique du composite à renfort FV est de 1.56 g/cm³. On constate que la valeur de la densité chute respectivement de 23% et de 38% pour les FJ-tissu et les FD-mat respectivement.

Composite à renfort		brut	traité	brut	traité
Taux de renfort		20%	20%	30%	30%
Densité	FV-mat				1.56 ± 0.08
	FJ-tissu				1.20 ± 0.08
	FD mat	1.02 ± 0.06	0.99 ± 0.05	0.98 ± 0.08	0.97 ± 0.05

Tableau VI.1 : Densité apparente des différents composites.

Le traitement des fibres Diss (5%, T2h) conduit donc à la diminution de la densité. Cette diminution est attribuée aux rongements de la structure de la fibre. Du fait que la masse volumique de la fibre est inférieure à celle du polymère, l'augmentation du taux de renfort diminue la masse volumique. D'autre part, chaque fois que le taux des fibres augmente, la mouillabilité des fibres dans la matrice est difficile.

VI.1.3 Reprise d'eau

Les cinétiques de sorption sont étudiées par immersion des éprouvettes de dimensions ($5 \times 10 \times 100 \text{ mm}^3$) préalablement séchées dans de l'eau.

Les courbes de l'évolution du taux d'absorption en fonction du temps d'immersion des composites élaborés sont représentées par le **figure VI. 3**. Les comportements des trois composites (FD, FJ et FV) sont semblables. Ces courbes se composent de deux parties distinctes.

La première partie assimilée à une droite, correspond au régime transitoire d'absorption. Dans cette partie, la vitesse d'absorption est relativement élevée.

La seconde partie de ces courbes, correspond à la saturation là où l'équilibre est atteint. Les composites à renfort végétale sont beaucoup plus hydrophile que ceux à renfort verre. On note que le composite à renfort Diss (FD-mat) présente un taux d'absorption plus élevé que celui renforcé par le composite jute (FJ-tissu)

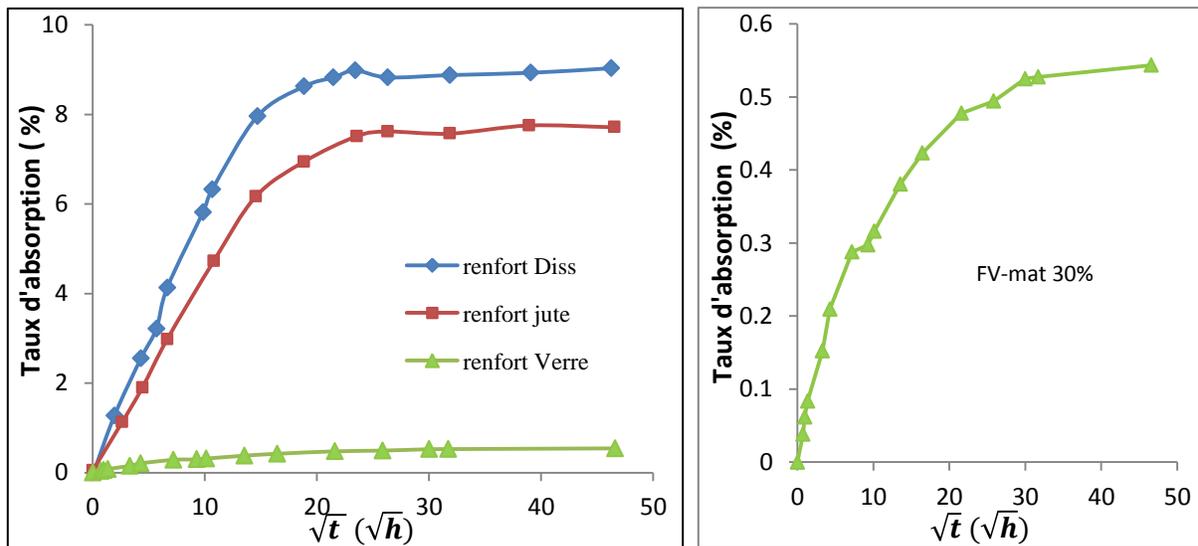


Figure VI.3 : Courbes gravimétriques de sorption d'eau des composites à renfort verre, Diss et jute par immersion.

L'influence du taux de renfort et du traitement alcalin des fibres Diss sur la sorption des composites à renfort FD est illustrée par la **figure VI.4**. Le traitement alcalin (5% NaOH) conduit à une diminution très nette du taux d'absorption pour les différents taux de renfort. Le traitement a les mêmes effets pour les différentes fractions volumiques des fibres Diss. A la saturation, les taux d'absorption des composites aux V_f 30 et 20 % en fibres brutes sont respectivement 9% et 7%. Tandis que pour les mêmes composites à fibres traitées, l'absorption est de l'ordre de 7% et 6%. La différence entre les composites de renforts traités et non traités est de 20%. Ceci est dû à la

diminution des groupements hydroxydes, et confirme le résultat obtenu lors des essais d'absorption d'humidité effectués sur les fibres Diss seules. (Chap. V).

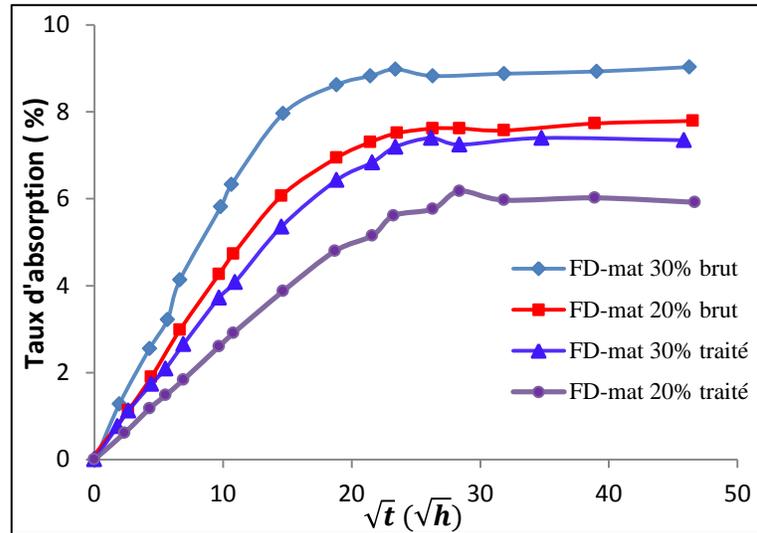


Figure VI.4 : Variation du taux d'absorption d'eau en fonction de la racine du temps, pour composite à renfort FD brut et traité à 5% NaOH pendant 2 h.

VI.2 Propriétés mécaniques des composites élaborés

Il s'agit à déterminer les contraintes à rupture et module d'Young apparents des composites à renfort FV-mat, FD-mat et FJ-tissu.

VI.2.1 En traction

Les courbes contrainte - déformation en traction des composites à renfort (FJ- tissu), (FD- mat) et (FV-mat) 3 plis sont présentées par la **figure. VI. 5**.

Le comportement de (FJ- tissu) présente deux parties linéaires dont les pentes s'interceptent au niveau de 0,2 à 0,3% de la déformation. Notons que la déformation à la rupture de la matrice polyester est inférieure à celle des fibres, donc on assiste à la fissuration multiple de la matrice. La première partie de la courbe se traduit par une rigidité relativement élevée, la charge est supporté majoritairement par la matrice. La torsion des fils de jute contribue à l'augmentation de la rigidité. La deuxième partie est caractérisée par une diminution de la pente. Dans ce cas il y a un transfert de charge via l'interface fibres – matrice. Le rôle principal des fibres dans cette partie est de supporter les charges transmises de s'opposer à l'accroissement des microfissures. Donc la propagation de la fissure principale nécessite une énergie supplémentaire pour vaincre la décohésion à l'interface et la rupture des fibres

En revanche, le composite (FV-mat) présente un comportement fragile. Il n'y a pas de changement notable de la pente de la courbe. Cela signifie que la contrainte de cisaillement l'interface fibres/matrice est supérieure à celle de la rupture des fibres de verre.

Les deux composites à renfort Diss (20 et 30%), présente un comportement quasi-bilinéaire. Ce comportement est similaire à celui à celui mentionné par Jen et al. [JEN04]. En effet, on note l'existence de trois parties distinctes sur la courbe (contrainte, déformation).

La première étape correspond à une évolution linéaire liée au comportement élastique réversible du composite, aucun endommagement significatif n'apparaît.

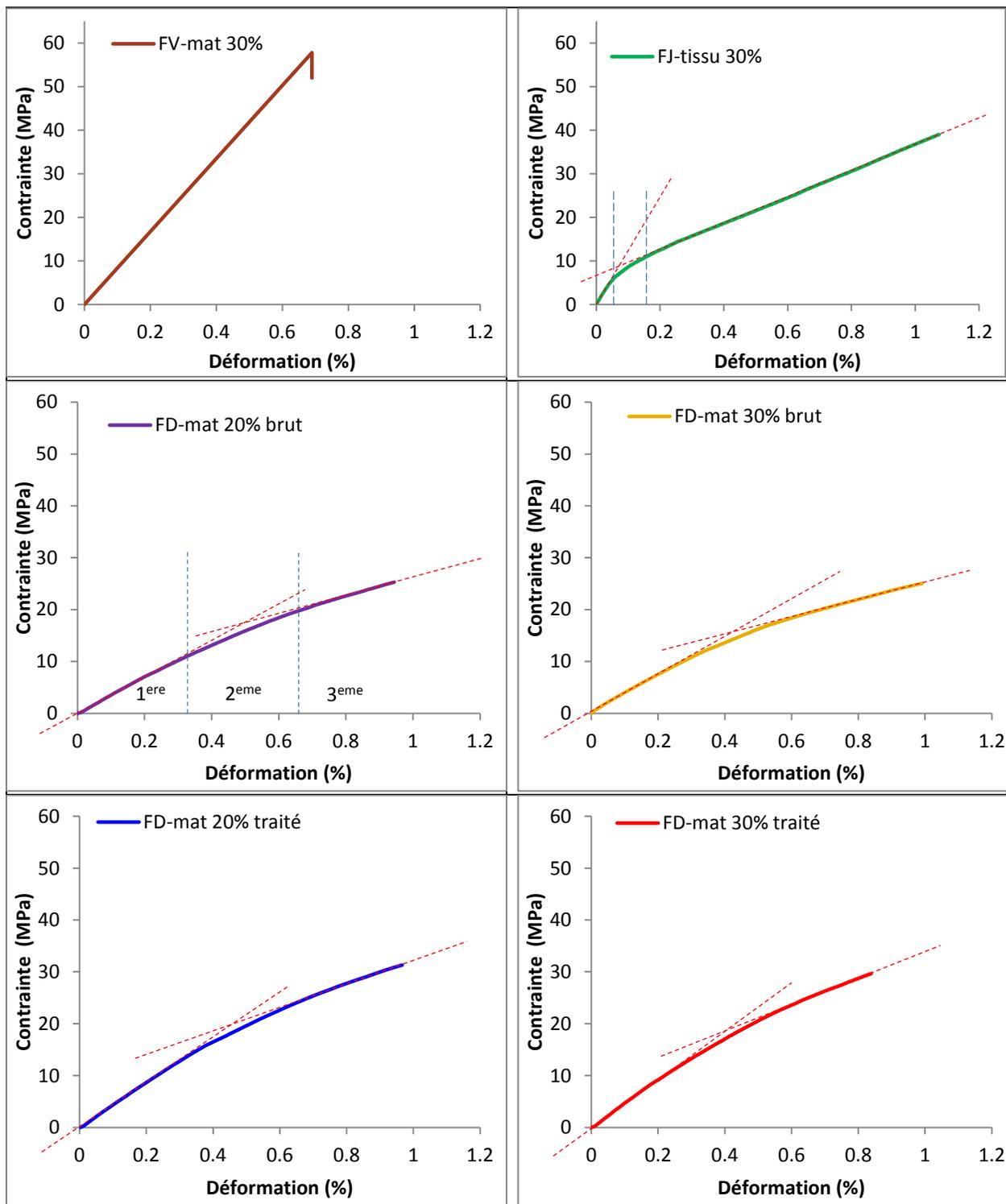


Figure VI.5 : Courbes contrainte- déformation en traction des composites à matrice polyester renfort mat Diss, mat verre et tissu jute.

La deuxième montre que la courbe devient non linéaire autour de 30% du chargement maximum. Le non linéarité correspond aux premières étapes de l'accroissement de la zone endommagée. Cette dernière englobe les différents mécanismes qui opèrent lors de la propagation de la fissure : décohésion à l'interface, rupture et extraction des fibres. Les premières fissures inter-faciales sont localisées sur les fibres qui sont orientées de 90° à 60° (direction de la sollicitation). Ce type de d'endommagement se localise dans les zones à fort taux de matrice.

La dernière étape décrit la propagation de la zone endommagée avant la rupture macroscopique du matériau. Pendant cette étape, les fissures inter-faciales qui existent autour des fibres se propagent et l'ouverture de fissures grandit. De plus, de nouvelles fissures inter-faciales sont créées sur les fibres moins désorientées. On assiste à la rupture des fibres orientées dans le sens de traction. Le processus de rupture est essentiellement la rupture de la matrice, la décohésion à l'interface fibre-matrice et enfin la rupture des fibres.

Les propriétés mécaniques en traction des composites élaborés sont rassemblées dans le **tableau VI.2**. On remarque que les caractéristiques mécaniques des composites à renfort verre sont nettement supérieures à celles des renforts jute et Diss. La résistance à la rupture du composite (FJ-tissu) est de l'ordre de 38,6 MPa, cette résistance est supérieure à la résistance de la matrice, donc, l'introduction des fibres de jute améliorent les propriétés mécaniques du composite. Cette amélioration est due non seulement à la bonne résistance des fibres de jute, mais aussi à l'adhérence entre les torons du jute et la matrice et à l'orientation uniforme des torons. Cette dernière permet de bonnes transmissions de charge de la matrice vers les fibres. Cependant, l'introduction des fibres Diss améliore le module de Young au détriment de la résistance.

La dispersion de certains résultats obtenus serait due au problème de la manipulation lors de l'élaboration. En effet, l'application du débulleur et du pinceau provoquaient des déformations au niveau des mailles du tissu. De même, pour le cas des mats, des délocalisations des fibres se sont produits lors du débullage. Cela entraîne des zones riches et d'autres pauvres en fibres. On note également que la distribution de la porosité peut contribuer aussi à la variabilité des résultats.

Stratifié polyester /	Contrainte σ_R (MPa)	Module E (GPa)
FV-mat 30%.	$57,1 \pm 5,7$	$8,4 \pm 0,3$
FJ-tissu 30%.	$38,6 \pm 4,4$	$3,8 \pm 0,5$
FD- mat traité 30%.	$29,7 \pm 3,6$	$4,5 \pm 0,4$

Tableau VI.2 : Propriétés mécaniques à rupture en traction des matériaux composites élaborés

a- Faciès de rupture en traction

Les faciès de rupture en traction de composites FD-mat montrent que la dégradation du matériau est gouvernée par la rupture d'interface fibre-matrice (**Fig. VI.6**). Les microfissures interfaciales sont présentes sur l'ensemble de la partie utile de l'éprouvette.

Les endommagements à l'interface débutent au sein des fibres parallèles à l'axe de sollicitation. Pour les fibres de différentes orientations (θ de 0° à 90°), l'interface fibre matrice est sollicitée en

traction et en cisaillement. Une distribution non homogène dans le plan de l'orientation des fibres peut donc modifier fortement le comportement de ces matériaux [OLD03].

Il est à noter que les plis et leurs orientations du stratifié peut aussi modifier l'évolution des dommages.

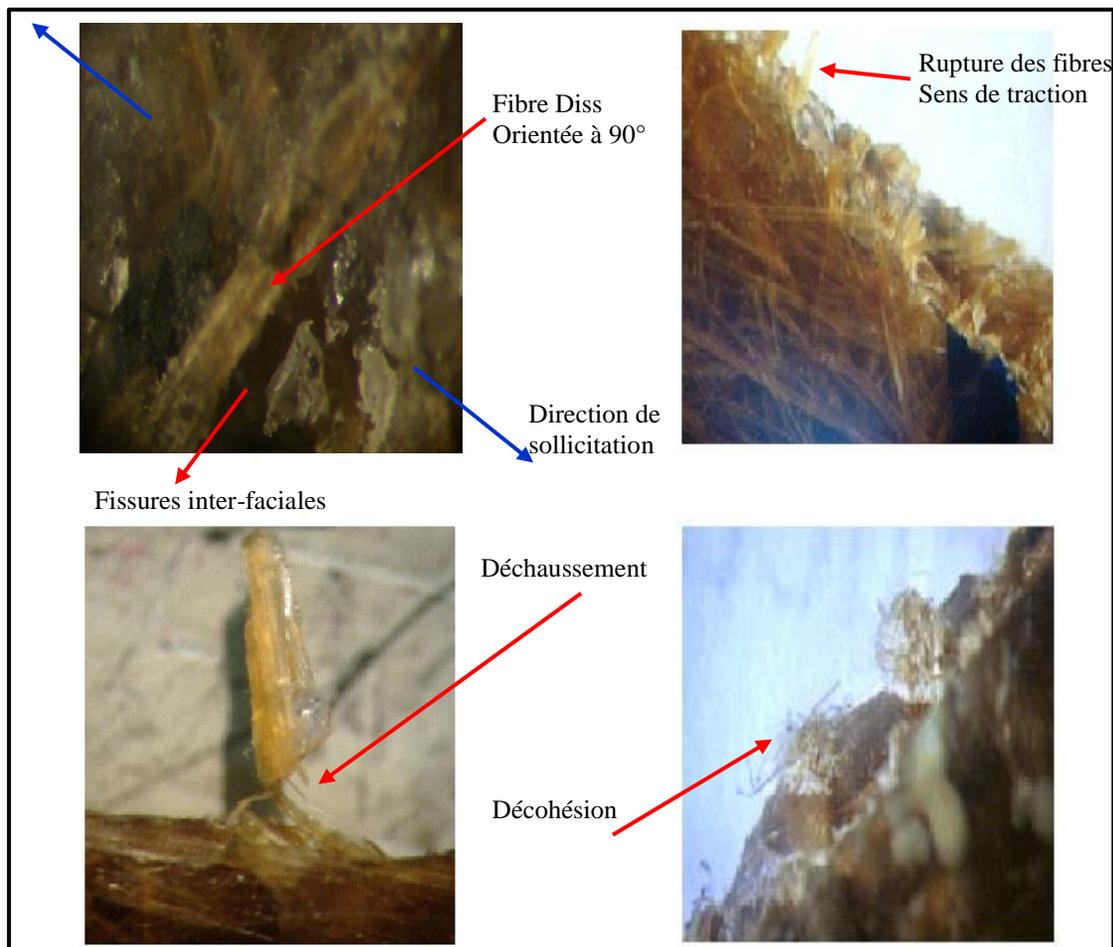


Figure VI.6 : Facies de rupture en traction du composite FD-mat30%

b- Effet du traitement et du taux de fibres sur les propriétés du composite FD.

A titre de comparaison, la **figure VI.7** montre l'effet de la teneur en fibres et du traitement alcalin sur la résistance de traction à la rupture et module de Young du composite (mat-Diss)/polyester.

Le traitement alcalin améliore le module d'élasticité et la contrainte à la rupture du composite pour les deux fractions volumiques de fibres.

L'amélioration du module de Young est significative, puisque pour une valeur de 30% en fibres, le module apparent augmente d'environ 9,7 % par rapport au composite à 20% en fibre. Cette augmentation du module avec le taux de fibres provient du renforcement apporté par les fibres, ce qui permet un bon transfert des contraintes de la matrice aux fibres [RAN99, FAB10, WUL03, FUN02]. Lors de l'augmentation du taux de fibres de 20 à 30 % conduit à une légère chute de la résistance de traction à la rupture. Cependant une grande quantité de fibres conduit à une

mauvaise imprégnation des fibres par la matrice et l'apparition d'un taux de porosité plus important. On note également que la porosité ainsi que la distribution et l'orientation des fibres contribuent aussi à la chute de la résistance du composite. En effet, O. Kazuya et al rapportent que l'augmentation de la teneur en fibre peut augmenter la quantité de vides formés au cours de la mise en œuvre et peut provoquer l'agglomération des fibres dans les composites [KAZ04]. En fait, les vides et les amas de fibres contribuent localement à l'initiation de fissures et provoquent la rupture à des contraintes plus faibles.

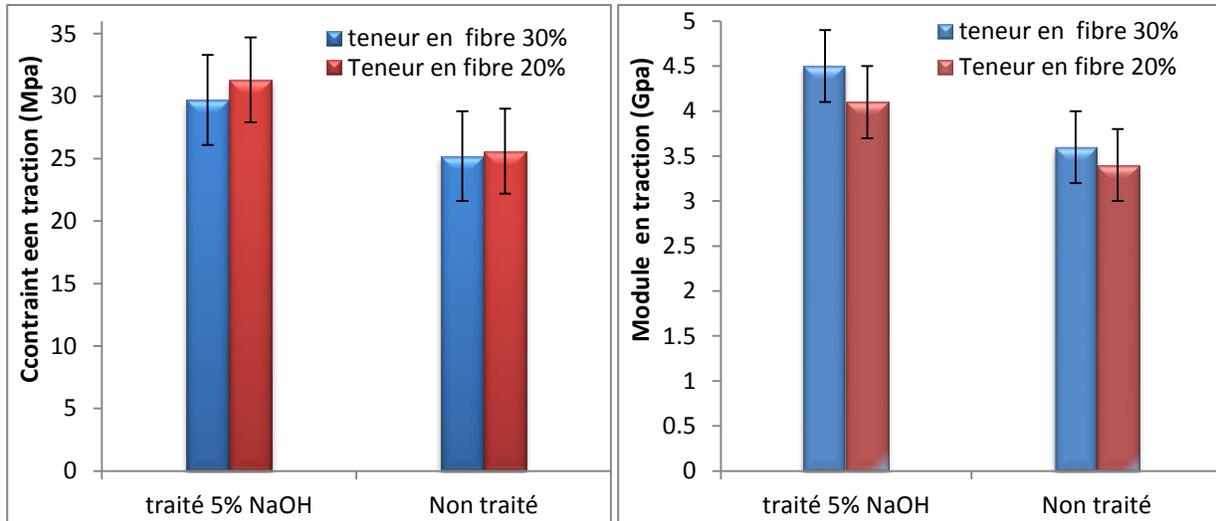


Figure VI.7 : Effet du taux et du temps de traitement des fibres Diss sur les propriétés mécaniques en traction du composite (2h de traitement)

En effet, le traitement des fibres à 5% NaOH améliorent la résistance en traction et le module du composite. Les valeurs max de la contrainte et du module obtenues sont 29,7 MPa et 4,5 GPa respectivement pour le composite à renfort 30% en fibres. Cela est attribué à l'amélioration de l'interface renfort/matrice. Au niveau des fibres, le traitement alcalin permet, d'une part, le nettoyage et l'augmentation de la rugosité de la surface des fibres, et d'autre part la séparation des fibres les unes des autres par l'élimination des pectines. Dans ce cas, les liaisons faibles (pectine) sont remplacées par la résine.

VI.2.2 En flexion

Les courbes contrainte- déformation des différents composites étudiés sont reportées sur la **figure VI.8**. Les composites FV-mat et FD-mat présentent un comportement linéaire jusqu'à la rupture fragile. La courbe correspondant au composite FJ-tissu est constituée de trois phases suivantes : Une première phase élastique caractérisée par un module élastique E. Suivi d'une phase où la courbe perd sa linéarité initiale traduisant ainsi le début de l'endommagement du composite. Le rôle des fibres dans cette partie consiste principalement à limiter la progression de la fissure principale. La contrainte de cisaillement et les frottements des rouleaux des appuis contribuent aussi au non linéarité de cette partie. Au-delà de la force maximale, le composite montre un

comportement semi fragile. Ce type de comportement est lié à la nature de l'interface fibre-matrice.

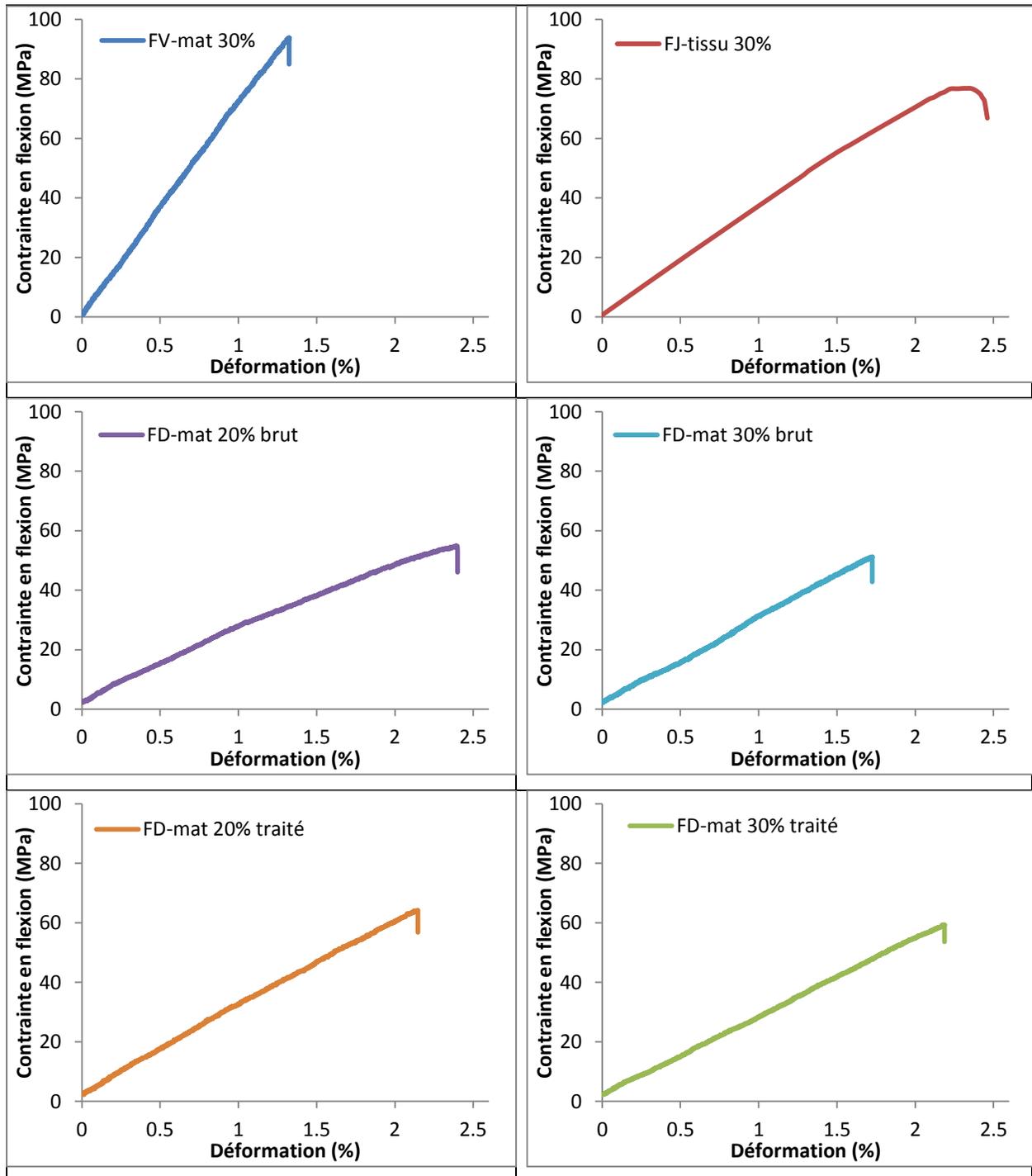


Figure VI.8 : Courbe contrainte – déformation en (flexion 3 pts) des composites FV mat, FD- mat et FJ tissu/ polyester

De la même manière que pour les tests de traction, les résultats de la flexion sont présentés sous forme de tableau (tab VI. 3).

On remarque que le renfort le plus intéressant pour des propriétés en flexion est sans aucun doute le FV-mat. puisqu'il présente une résistance et un module nettement meilleures que celles des composites FD-mat et FJ-tissu.

La rigidité de tous les composites est nettement supérieure à celle de la matrice.

La résistance du composite FJ-tissu est de l'ordre de 76 MPa. Elle est supérieure d'environ 32% par rapport au composite FD- mat 30% brut.

La dispersion observée sur les résultats est attribuable en grande partie aux conditions de mise en œuvre. En effet il est apparu pendant les essais que les fibres végétales étaient plus sujettes au gondolement que celles du verre lors de l'enroulement sur les plaques. La distribution de la porosité aussi peut avoir un effet non négligeable.

Stratifié polyester /	Contrainte σ_R (MPa)	Module E (GPa)
FV-mat 30%.	$96,8 \pm 5,3$	$7,3 \pm 0,5$
FJ-tissu30%.	$76,7 \pm 4,2$	$3,7 \pm 0,4$
FD- mat brut 30%	$51,2 \pm 5,5$	$3,1 \pm 0,4$

Tableau VI.3 : Module élastique et contrainte à la rupture en flexion 3 pts des composites élaborés taux de renfort

a- Effet du traitement et du taux de fibres sur les propriétés des composites FD-mat

La figure VI. 9 montre l'effet du traitement à la soude et de la teneur en fibre sur la contrainte à la rupture et le module élastique en flexion.

Pour un taux de 20 % de fibres Diss brut, la contrainte à la rupture du composite FD/polyester est de 54,8 MPa. Par contre, la contrainte à la rupture est de 51,2 MPa pour un taux de fibre de 30%. Ces grandeurs sont pratiquement contradictoires. Cette contradiction semble être due à l'existence de zones riches en fibres et des zones pauvres. Ceci traduit une mauvaise élaboration de la plaque du mat 30%. Il semble que les longueurs des fibres sont assez courtes. Donc les fibres ne contribuent pas suffisamment aux cisaillements interfaciaux. A. Mechraoui et al [MEC07] rapportent que les fibres courtes ($l < l_c$) conduisent à des propriétés mécaniques plus faibles. De plus, pour un taux de 30 % de fibres, les interactions fibre-fibre sont beaucoup plus élevées. Toutefois, l'augmentation du taux de fibres dans la matrice polyester contribue à l'amélioration du module d'Young en flexion. Il varie de 3,2 pour un $V_f = 20\%$ à 3,6 pour un V_f de 30 %.

Cependant le traitement alcalin des fibres Diss contribue à l'amélioration de la résistance et du module de Young. A titre de comparaison, pour le composite à 20 % de fibres Diss traitées, la contrainte à la rupture et le module s'améliorent respectivement de 5,9 MPa et 0,4 GPa. Cette amélioration est due à la dissolution partielle des composés lignine, pectine et des substances résineuses. De même, l'élévation du taux de la cellulose cristalline contribue aussi. Notons que la cellulose présente un module d'élasticité de 136 GPa. [GLO10]

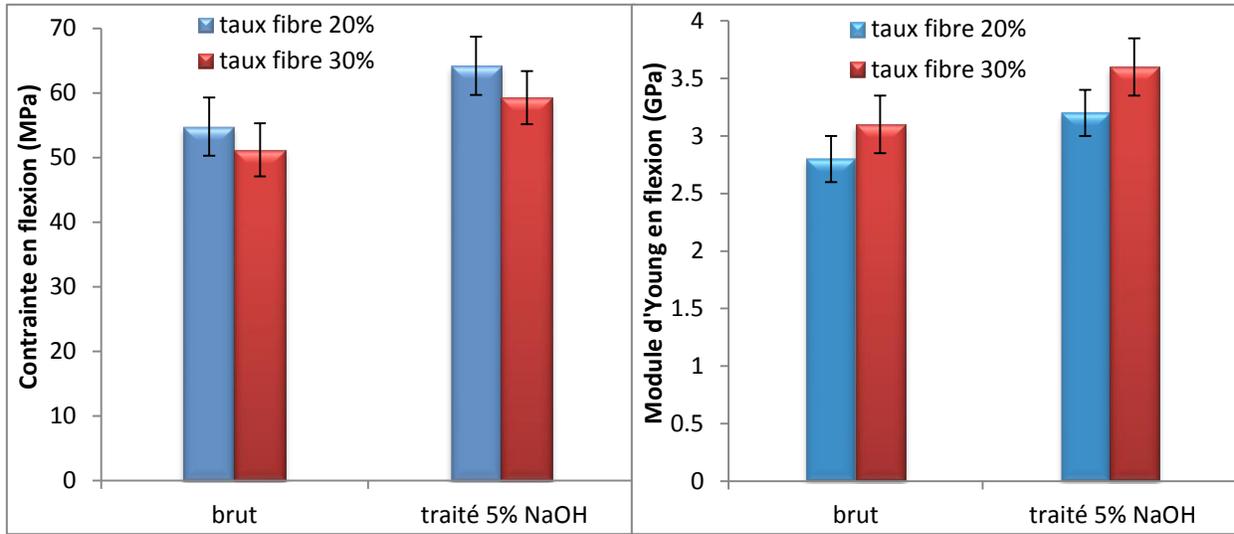


Figure VI.9 : Effet du traitement et du taux de fibre sur les propriétés en flexion des composites FD.

b- Faciès de rupture en flexion

La figure VI. 10 montre les faciès de rupture du composite FJ-tissu testés en flexion. On constate que les fissures s’initient dans la matrice. La fissure matricielle est pontée par des fibres. La propagation de la fissure principale s’achemine dans le sens des chaines du tissu. Cette propagation de fissure est l’ensemble des mécanismes qui opèrent lors de la propagation : décohésion, extraction et rupture des fibres.

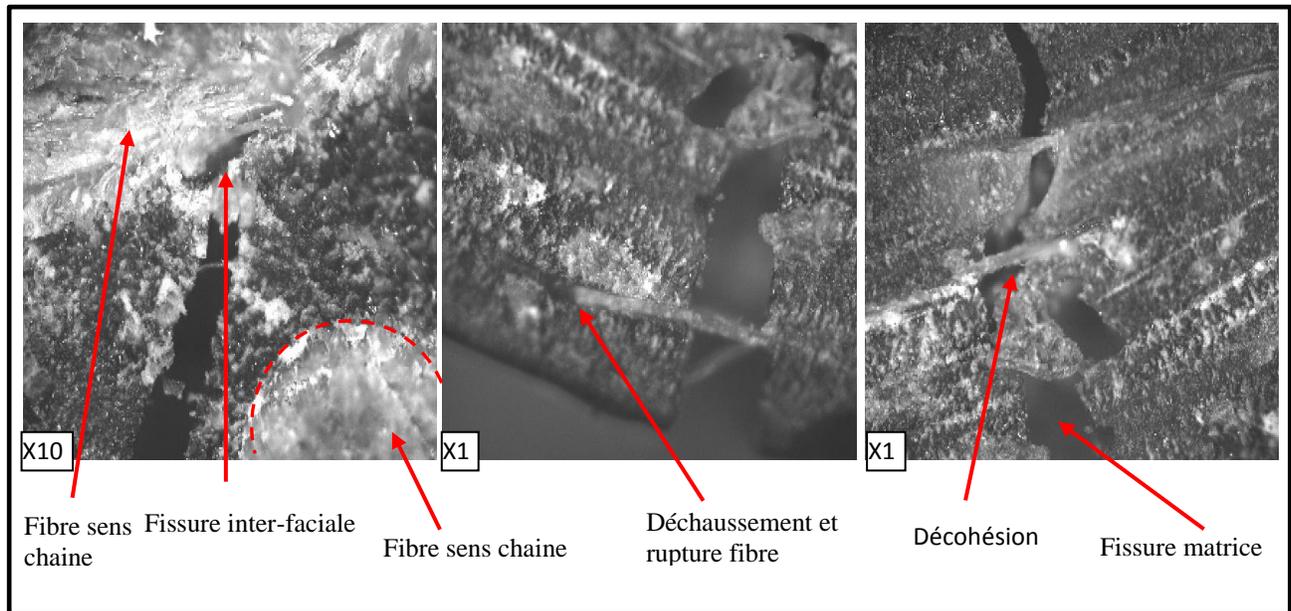


Figure VI.10 : Faciès de rupture en flexion du composite FJ-tissu.

VI.2.3 Comparaison des propriétés des composites élaborés

L'étude des trois composites élaborés révèle l'existence de certaines propriétés communes et autre différentes. Nous allons tenter de comparer les performances de ces matériaux à masse identique.

La **figure VI.11** récapitule les différentes caractéristiques spécifiques des composites.

Il apparaît clairement que les performances de la structure composite FD-mat 30% traité sont très proche de celles des structure FV-mat et FJ-tissu.

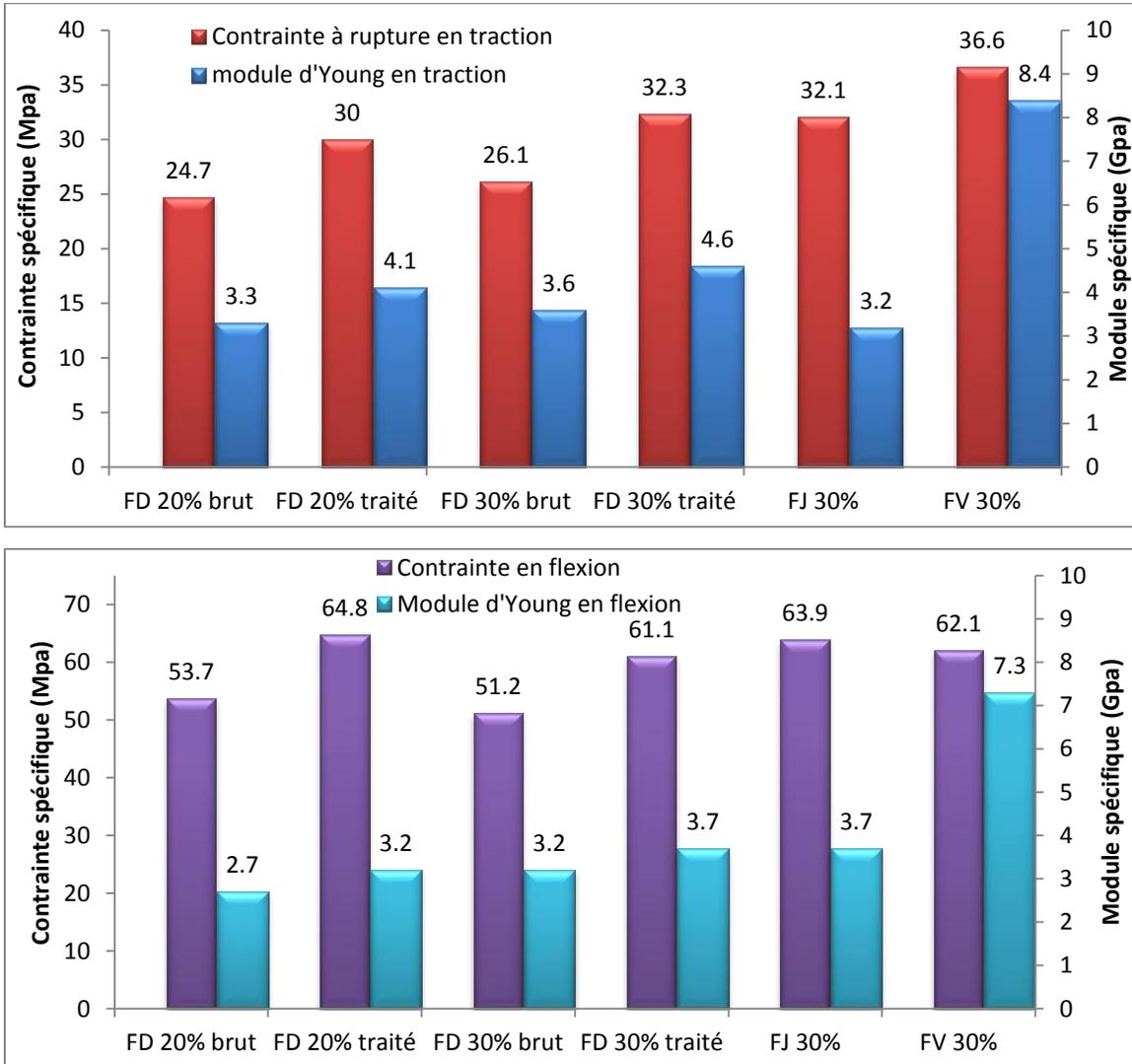


Figure VI.11 : Module élastique et contrainte à rupture spécifique en traction et flexion 3 pts des trois composites.

VI.3 Caractérisation des composites sous sollicitation sévère (fatigue par chocs répétés)

La caractérisation des matériaux composite par fatigue est d'une grande importance. L'analyse du comportement à l'impact des composites est plus complexe. Compte tenu de la présence de trois phases de rupture (matrice, renfort et interface), la fatigue par impacts peut conduire à une

activation différentielle de mécanismes compétitifs ou coopératifs de l'endommagement, donc à une dénaturation de la cinétique macroscopique de dégradation.

Des essais de fatigue par impacts répétés d'une fréquence de 5 Hz sont réalisés sur les trois composites (FJ-tissu30%, FD-mat20% et30%). La mesure de la rigidité des composites en fonction du temps ou du nombre de cycles permet de suivre l'évolution de l'endommagement du composite sollicité.

VI. 3. 1 Détermination de l'énergie d'impacts

Lors d'un essai de flexion trois points, l'énergie absorbée lors de la rupture de l'éprouvette est l'aire sous la courbe charge-déplacement. La **figure VI. 12** présente les énergies élastique et à la rupture des composites à renfort FJ-tissu et FD-mat.

On remarque que les énergies élastiques et à la rupture du composite à renfort FJ-tissu à 30% en fibre sont nettement supérieures à celles des renforts FD-mat 20%. L'énergie élastique du composite FJ-tissu 30 % est de 0,65 joules et de 2,3 joules pour l'énergie de rupture. La différence entre les énergies élastiques des différents taux de fibres est attribuée à la différence des valeurs de l'allongement élastique et à la rupture.

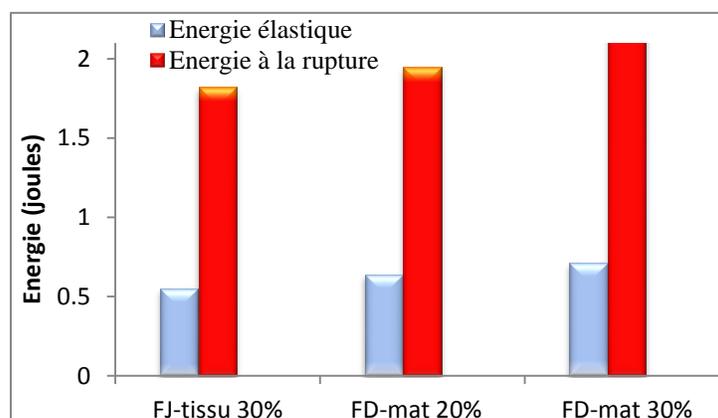


Figure VI. 12 : Energie élastique et à rupture des composites étudié.

VI.3.2 Perte de rigidité des plaques composites

Le suivi de la perte de rigidité est l'une des méthodes la plus utilisée pour caractériser le comportement en fatigue des composites. L'objectif est de caractériser l'endommagement sans aller au terme de la rupture. Il est utile d'arrêter les essais de fatigue par chocs au bout d'un certain nombre d'impacts. Puis, on sollicite la plaque par un essai de flexion statique juste au niveau de la région endommagée. L'essai de flexion conduit à la mesure de la rigidité résiduelle et la variable d'endommagement D.

Nous présentons dans ce qui suit les diagrammes charge-déplacement de flexion quasi statique des composites à renfort (FJ-30% et FD-mat20% et 30% endommagées par impacts répétés (**Fig. VI. 13**).

Ces diagrammes montrent des pentes distinctes caractérisent le comportement irréversible des matériaux. Chacune des courbes charge-déplacement correspond à un certain nombre d'impacts réalisés sous une fréquence de 5Hz et une énergie de 80% de l'énergie élastique du composite.

L'énergie est choisie de façon quelle doit donc être au-dessous de la limite de création d'endommagement. Et concernant la fréquence de chargement, dans la littérature il est montré que pour des matériaux de type fibre végétale/polyester, les résultats en fatigue sont peu influencés par la fréquence si cette dernière ne dépasse pas une certains valeurs, car l'effet de la chaleur dégagée par le frottement au sein de matériau s'avère négligeable. On a donc choisi une fréquence de chargement de 5 Hz qui semble être un compromis idéal entre le temps nécessaire pour tester une pièce que l'on vise à réduire et une vitesse de chargement qui ne soit pas trop élevée

On assiste à une dégradation de la raideur des composites quand le nombre d'impacts augmente. Il est à noter que la mesure de la raideur une fois traitée permet de tracer l'évolution de la rigidité en fonction de nombre de cycles appliqués.

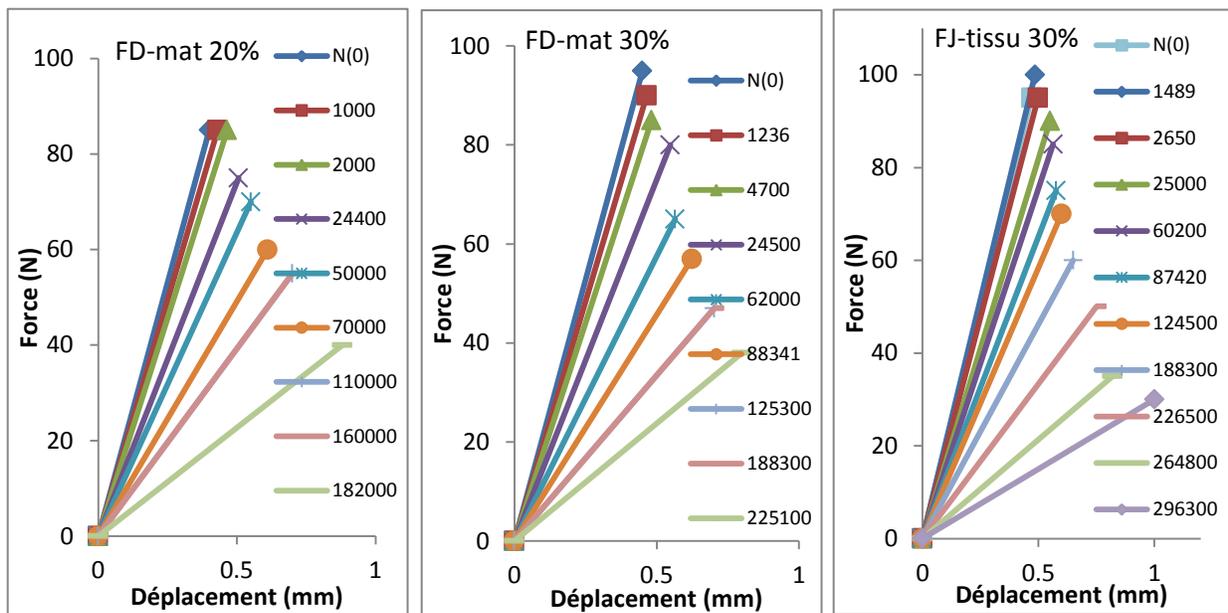


Figure VI.13 : Influence du nombre d'impact sur la raideur des composites (courbe Charge- déplacement)

VI.3.4 Evaluation du paramètre d'endommagement des composites

Les courbes de perte de raideur permettent le calcul du paramètre d'endommagement D. La figure. VI.14 présente l'évolution du paramètre d'endommagement D en fonction du nombre d'impacts.

L'allure des courbes d'évolution des dommages est pratiquement similaire pour les différents composites testés. Ces courbes révèlent trois phases distinctes de dégradation prédominants qui participent à l'endommagement des composites :

La première phase de dommage est presque identique pour les trois matériaux. La microfissuration de la matrice est le premier endommagement qui apparaît au sein du composite avec parfois une décohésion fibre/matrice. Toute discontinuité de surface favorise le développement de ces microfissurations (exemple: porosités, rayure de polissage....).

Cette phase altère le moins les performances mécaniques de la plaque. Mais il faut tout de même y faire attention car ces fissurations peuvent engendrer du délaminage si elles atteignent

l'interface entre deux couches de plis d'orientations différentes. Par ailleurs, elles sont aussi des sites privilégiés pour l'amorçage de fissurations transverses. Ces derniers d'une part entraînent une perte plus ou moins importante de la rigidité axiale du composite et d'autre part peuvent induire un micro délaminage à l'inter pli du fait de la concentration des contraintes en pointe de fissure.

En effet, la montée de la courbe de dommages indique une croissance de la surface de délaminage dans l'interface la plus éloignée du point d'impact. Puis création et développement de nouvelles surfaces délaminées dans les autres interfaces.

Par contre, dans la deuxième phase la courbe a tendance à se palier illustrant l'arrêt du processus de l'endommagement par délaminage. On assiste à un léger délaminage des couches extérieures FD-mat 20% FJ-mat 30%. Ce délaminage se produit de manière très locale et ne semble pas avoir d'effet significatif sur les résultats de durée de vie. La saturation du délaminage apparaît plus tôt pour les FD-mat 20% et se déplace vers des valeurs supérieures du nombre d'impact pour le composite à taux de fibre important. Il semble que l'énergie d'impact pour ces derniers est consommée en grande partie par déformation élastique de la plaque, par contre, pour le composite à faible taux de fibre, l'énergie est consommée par la création de nouvelle surface, c'est-à-dire par la propagation des fissures.

La troisième phase est le stade final de l'endommagement. Elle se caractérise par une perte catastrophique de la rigidité de la plaque due à la fissuration inter faciale avec la rupture des fibres. On constate que l'endommagement est plus prononcé pour les composites FD-mat 20% et 30% et plus rapide que celui à base de FJ-tissu.

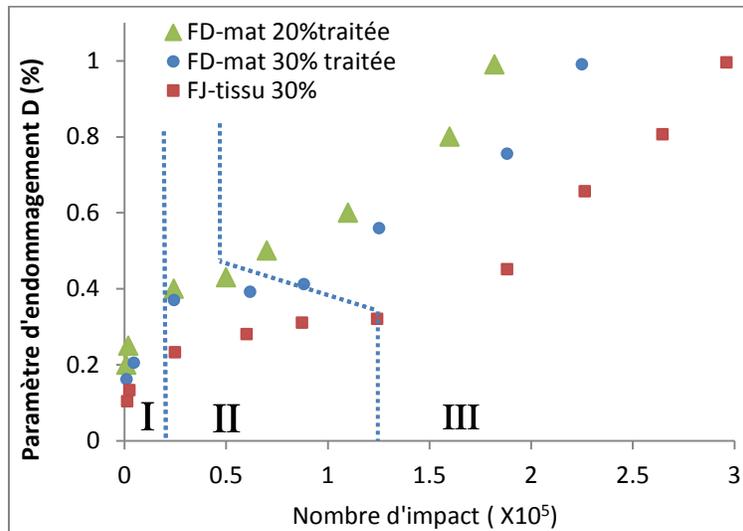


Figure VI.14 : courbe d'endommagement des trois composites.

La dégradation du matériau s'accélère avec l'accroissement du nombre d'impact (énergie d'impact) augmente. En effet, le nombre d'impact disponible dans les deux premières phases ne peut pas propager le délaminage et rompre les renforts. Alors l'augmentation du nombre d'impact jusqu'à une valeur suffisante est nécessaire pour la rupture des fibres. Le nombre d'impact (énergie) escompté est déduit de la courbe expérimentale (Fig. VI.14). Le tableau VI. 4 rassemble

les valeurs du nombre d'impact supplémentaire normalisé. Dans le cas du composite FD-mat 20%, la dégradation est gouvernée par la rupture des fibres car le nombre d'impact représente 200%.

Composite à renfort	FD-mat 20%	FD-mat 30%	FJ-mat 30%
Impacts supplémentaires normalisés (%)	203	154	138

Tableau VI.4 : Nombres d'impacts supplémentaires normalisés de rupture des trois composite

VI.3.5 Détection du dommage des composites

La détection précoce de l'endommagement d'un matériau permet la prise des dispositions nécessaires pour éviter la l'endommagement totale. En pratique, plusieurs méthodes de détection tels que : la microscopie, les rayons X, les ultrasons, l'émission acoustique, etc.

Dans le cas des composites étudiés, l'identification des endommagements s'effectue par étape. A la fin de chaque étape, l'éprouvette est examinée visuellement et par microscopie pour la détection et la quantification d'éventuel endommagement produit.

a- Face Impactée

L'observation de la surface impactée montre que l'endommagement s'initie et se développe dans la zone située juste en dessous de l'impacteur.

- lors des premiers impacts (N= 40), un blanchiment apparait sur l'éprouvette (**Fig. IV.15-a**). Les fortes pressions de contact entre la plaque et le projectile et l'existence des défauts de surface favorisent l'amorçage de l'endommagement L'observation microscopique, révèle que ce blanchiment est dû à la microfissuration transversale de la matrice et parfois accompagnée d'une décohésion à l'interface fibre/matrice. Donc, les premiers endommagements s'amorcent dans la matrice. Evidemment la déformation à la rupture de la résine est inférieure à celle des fibres.

L'augmentation du nombre de cycles génère une augmentation de la densité de microfissures. Ces dernières s'accumulent et forment une fissure principale qui se propage dans les zones de faibles résistances.

La fissure de la résine se propage le long des fibres transversales pour les plis Diss mats et parallèlement à l'écheveau transversal pour le tissu jute. L'apparition de la fissure est plus nette dans le cas du composite FJ.

L'augmentation du nombre d'impact génère des discontinuités et conduit à la formation d'un cratère sphérique (**Fig. IV-15.-d**). Le diamètre du cratère sphérique augmente avec le nombre d'impacts. La contrainte de compression de l'impacteur provoque l'échauffement de la zone d'impact. Cette zone de haut dommage est sollicitée en compression. Par conséquent la distinction entre les différents modes d'endommagements est très délicate. Vu le caractère fragile et irréversible de la résine polyester, les chocs successifs et l'élévation de la température conduisent à fragmentation multiple de la matrice. Ceci est à l'origine de la couleur blanche de la zone impactée (**fig. IV-15.-e**).

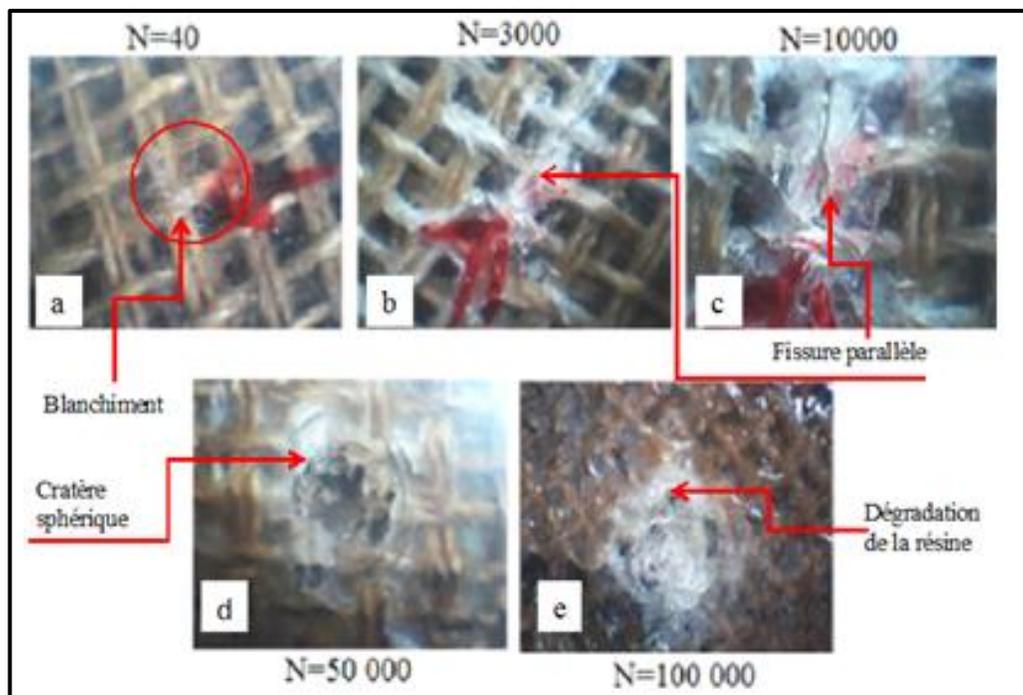


Figure VI.15 : Micrographie du composite FJ-tissu/ polyester face non impactée

b- Face non impactée (opposée à l'impact)

Les observations faites sur les faces opposées à l'impact des éprouvettes montrent que le premier endommagement macroscopique se traduit par la fissuration de la matrice au voisinage de la charge critique, à partir des défauts ou dans les zones pauvres en fibres. Ces fissures sont plus importantes et augmentent avec le nombre d'impact. La fissure se propage en conduisant à un endommagement de l'interface.

On distingue clairement une surface délaminée correspondant à l'interface la plus proche de la face opposée à l'impact (**figure VI.16-a**). Cette surface délaminée est plus importante que les autres surfaces délaminées situées dans les autres interfaces.

L'éprouvette après avoir subi $5 \cdot 10^4$ cycles, montre une fissure principale dans la direction longitudinale. (**Figure VI.16-b**) causée de la flexion de la plaque qui engendre des surcontraintes sur la face de la plaque.

Au-delà de 10^5 cycles on retrouve sur la figure (**figure VI.16-c**) les mécanismes liés à la décohésion fibres matrice et au déchaussement et arrachement des fibres. On observe des faisceaux de fibres brisés dans la direction longitudinale et la formation d'une fissure transversale conduisant à une rupture finale de l'éprouvette

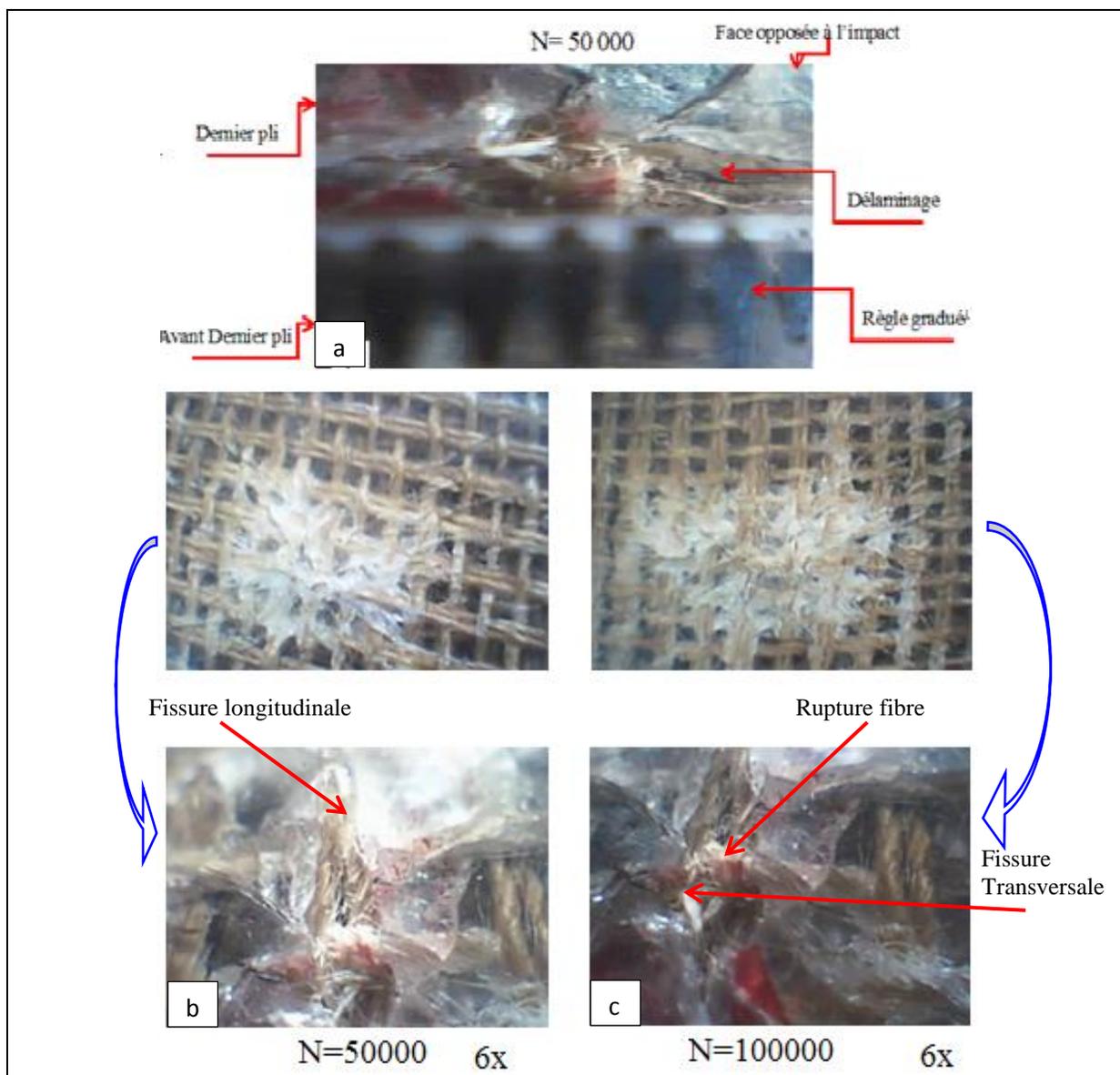


Figure VI.16 : Micrographie du composite FJ/polyester (face non impactée)

VL3.6 Évolution de la taille des fissures et l'aire de la zone endommagée

En plus du nombre de fissures et leurs évolutions, la taille et la longueur débouchante ou localisées doivent être prise en compte. L'aire de la zone endommagée par l'impacteur est un autre paramètre de quantification de l'endommagement du côté de la face impactée.

VL3.6.1 Évolution de la taille des fissures

La figure VI. 17 présente l'évolution de la taille de la fissure en fonction de nombre d'impacts pour les différents composites. Le seuil d'apparition de fissures matricielles diffère d'un composite à l'autre. Concernant le composite FD-mat 20%, la fissure apparaît dès les premiers impacts. Par conséquent, la résistance de ce composite au choc est très faible. Tandis que les deux

autres composites, l'apparition de la fissure n'aura lieu qu'après un certain nombre de cycles. Ce dernier croît avec l'accroissement de la fraction volumique des fibres.

L'évolution de la taille des fissures pour les composites Diss/polyester se compose de deux parties. La première partie se caractérise par une vitesse de propagation relativement élevée.

La seconde partie se caractérise par la diminution de la vitesse de propagation de la fissure pour le composite FD-mat 20%. Par contre, dans le composite FD-mat 30%, on constate une certaine stabilité de la zone endommagée. Cette stabilité est due à la résistance des fibres (V_f important).

Contrairement aux cas précédents, le composite FJ-tissu 30% présente un seul stade de propagation de fissure avec une vitesse d'amorçage plus élevée que celle des composites Diss/polyester. On remarque que la propagation de la fissure suit la direction des torons de jute avec une vitesse relativement importante.

Le **tableau IV.5** rassemble les seuils d'apparition des fissures et le nombre d'impact à la rupture pour les différents composites.

Composite	FD-mat20%	FD-mat 30%	FJ-tissu30%
Apparition des fissures (impacts)	11025	12000	15450
Nombre d'impacts à la rupture	187042	250425	280375

Tableau IV.5: Seuil d'initiation des fissures des différents composites

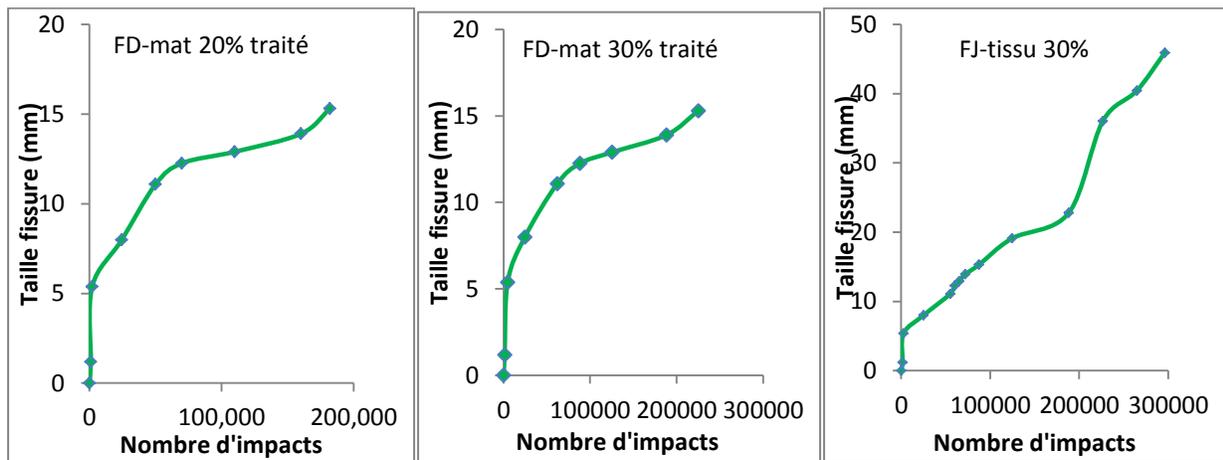


Figure VI. 17: Évolution de la taille de la fissure en fonction de nombre d'impacts pour les différents composites.

Le taux de croissance des fissures (da/d_N) pour le composite FJ-tissu 30%, est tracé par rapport à la longueur de la fissure mesurée comme le montre la **figure VI. 18**. La fissure principale matricielle débute avec un taux de croissance faible. Elle se propage à travers l'interface fibre matrice et sur la face non impactée. Quand elle est liée avec une autre fissure, la propagation augmente et se produit avec une accélération soudaine qui atteint 1.6 mm par cycle.

Lorsque la fissure croise une fibre transversale, la croissance diminue. Elle change de direction et se propage avec un rythme plus lent. On voit que les effets retardateurs de structures renfort tissu affaiblit la vitesse de propagation de fissure.

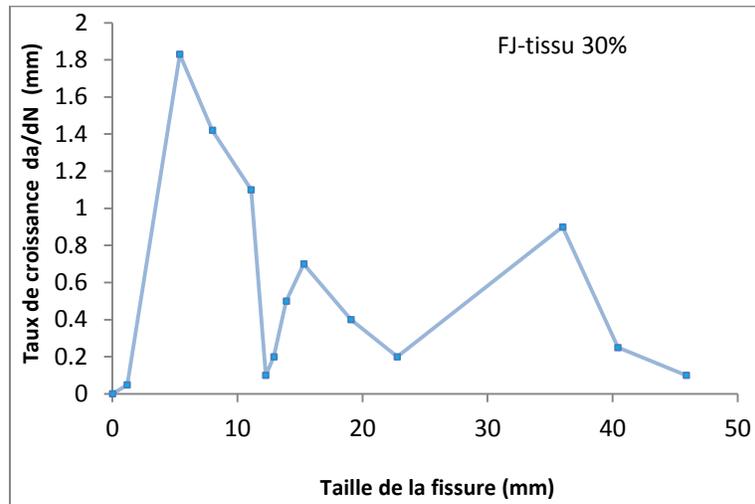


Figure VI. 18 : Taux de croissance de la fissure principale en fonction la longueur de fissure

VI.3.6.2 Évolution de l'aire de la zone endommagée

Après un choc plastique, une empreinte résiduelle est laissée sur l'échantillon. Si un impact de même énergie est réalisé sur cette empreinte, la force maximale exercée par la bille sur l'échantillon augmente. En effet, les surfaces devenant progressivement conformelles, la surface totale de contact augmente et par conséquent la rigidité apparente du contact – force nécessaire pour provoquer un enfoncement donné de la bille – augmente. Pour dissiper une même quantité d'énergie, un contact plus rigide conduira à des efforts plus importants lors du choc. Ce phénomène lié à la conformité des surfaces lors des chocs plastiques s'accompagne généralement du développement d'un champ de contraintes résiduelles autour de l'empreinte.

Le rayon de l'empreinte résiduelle augmentera progressivement avec le nombre d'impacts, jusqu'à ce que sa géométrie permette une répartition de pression de contact telle que l'énergie du projectile puisse être absorbée sans déformation plastique du substrat. Ce qui revient à dire que l'énergie restituée est égale à l'énergie incidente

Dans notre cas l'endommagement des plaques composite est évalué par la mesure de l'aire de la zone endommagée. Les résultats obtenus sont présentés sur la **figure VI.19**.

Les courbes présentent deux parties quasi-linéaires dont les pentes s'interceptent au niveau d'un coude se localisant vers 100000 cycles. La deuxième pente est beaucoup plus marquée. Elle traduit une évolution rapide de la surface de dommages.

La variation de la zone endommagée est beaucoup plus importante pour le composite à renfort FD-mat 30%. La surface endommagée est estimée à 300 mm² une fois la plaque atteint la rupture.

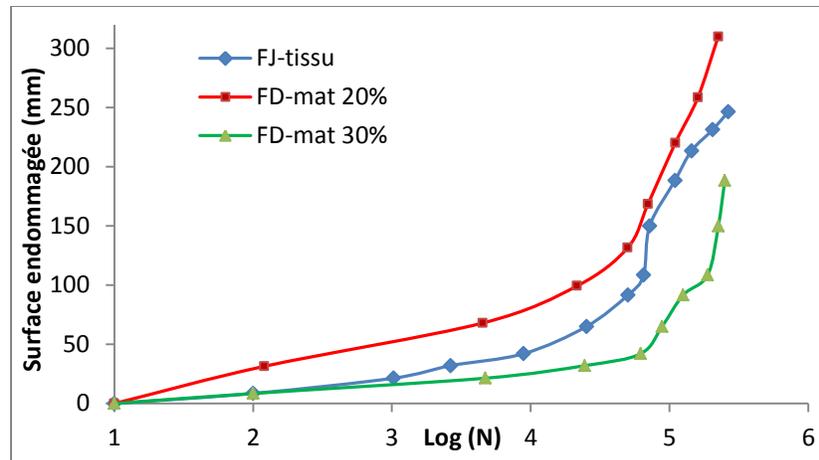


Figure VI.19 Evolution de l'aire d'endommagement de la face impactée en fonction du nombre d'impact (N).

VI.3.7 Prédiction de la durée de vie des composite

Les modèles permettant de prédire la durée de vie en fatigue sont relativement nombreux en fonction du matériau et du chargement appliqué. Nous avons essayé d'appliquer un modèle relativement simple. Il s'agit du modèle de Mandell. Car les données disponibles sont très limitées. On dispose uniquement de deux valeurs pour le cas où la contrainte de chargement égale à 50% et 80%, étant donné que le nombre de cycles est très élevé.

Le modèle de Mandell exprimé par l'équation VI.1 est appliqué aux résultats obtenus.

$$\sigma_a = \sigma_{ult} - b \log N \quad \text{VI.1}$$

Où

N est le nombre de cycles à rupture ; σ_a la contrainte appliquée à déterminer.

σ_{ult} et b sont deux constantes du matériau. La première est la contrainte ultime en flexion quasi statique, déjà mesurée précédemment..

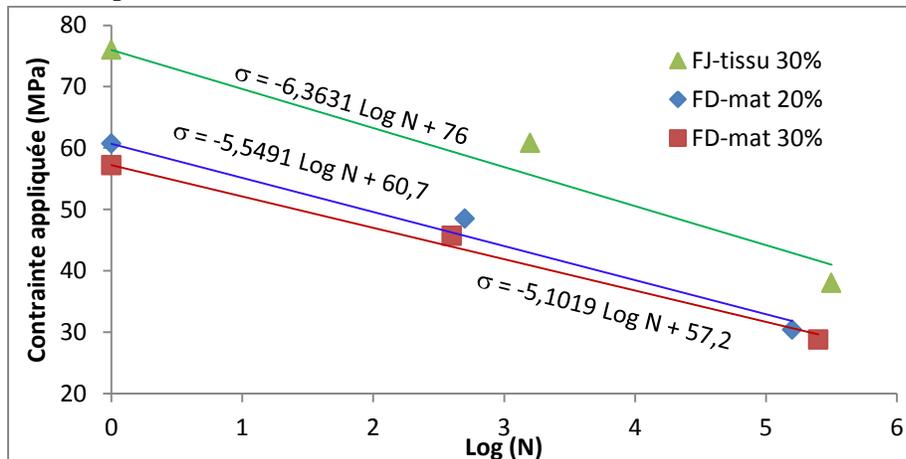


Figure VI. 20 : Prédiction de durée de vie en fatigue par choc répété pour les trois composites élaborés

Les trois composites présentent un comportement similaire (figure.VI. 20). La constante b est déterminée par les courbes de tendance. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau VI. 5

Le composite FD- 30% présente une capacité à résister à l'impact plus élevée par rapport au composite FJ- et FD-20%. Les trois composites se distinguent par la nature et l'architecture du renfort fibreux. Il semble que le renfort mat est le plus approprié pour les structures destinées à la fatigue. Dans le cas des mats, L'augmentation du taux de fibre de 20 à 30% contribue à l'amélioration de la résistance à l'impact du composite. La nature des fibres a aussi un rôle important. Pour le même V_f le composite FD présente une meilleure résistance à l'impact par rapport à celle du composite FJ.

Une première approximation des constantes (b) des trois composites est très significative. Les résultats expérimentaux sont peu nombreux et leurs enrichissement est envisageable. L'établissement d'une loi de prévision de durée de vie plus précise nécessite des essais beaucoup plus nombreux.

Composite à renfort	σ_{ult} (MPa)	b	Modèle de Mandell
FJ-tissu 30%	76	6,36	$\sigma_a = 76 - 6,36 \log N$
FD-mat 20% traité	60,7	5,55	$\sigma_a = 60,7 - 5,55 \log N$
FD-mat 30% traité	57,2	5,10	$\sigma_a = 57,2 - 5,10 \log N$

Tableau VI. 5 : Modèle de Mandell appliqué aux trois composites.

Conclusion

Dans ce chapitre, le travail accompli, nous acquiert des connaissances approfondies vis-à-vis du comportement du composite Diss/polyester sous sollicitation statique et dynamique. Les différents résultats obtenus des composites étudiés sont discutés et confrontés entre eux.

Les caractéristiques physiques sont déterminées à travers la densité, la porosité et la reprise d'eau des composites.

- la densité apparente est de 1.56 g/cm^3 pour le composite FV. Par contre, les composites FJ et FD présentent des valeurs moindres. Il y a une diminution de l'ordre de 23% et de 38% respectivement. Le traitement alcalin des fibres Diss entraîne une diminution de la densité du composite de 9%.

- le taux de porosité des trois composites élaborés demeure inférieur à celui toléré dans le procédé de moulage au contact ($\approx 10\%$). Le composite FV présente la porosité minimale (3,1%). L'amélioration de la surface et la mouillabilité des fibres par le traitement NaOH réduit le taux de porosité de 34%.

- les courbes d'absorption d'eau des trois composites présentent un comportement Fickien dans les composites FD et FJ, la vitesse de diffusion est relativement importante par rapport à celle des composites FV. La même constatation est observée pour la prise de poids. On note que les coefficients de diffusion et d'absorption du composite FV sont négligeables par rapport aux composites FD et FJ.

Le traitement alcalin des fibres Diss diminue le taux d'absorption du composite FD de 20%. Cette diminution est due à la modification des groupements (OH). Ceci confirme le résultat des essais d'absorption d'humidité sur les fibres Diss (Chap. V).

Les comportements mécaniques des composites élaborés sont étudiés. Contrairement au composite FV, les stratifiés Diss et Jute présentent tous deux un comportement bilinéaire. Le mode de défaillance principal est la rupture des fibres. Cette non-linéarité est imputable au caractère des fibres végétales. Sachant que les fibres Diss et jute sont intrinsèquement moins résistant que les fibres de verre.

L'augmentation de 10% en fraction volumique a un modeste effet sur la résistance à la traction pour les composites FD avec un gain de 9,7% en module d'Young. Le traitement alcalin du renfort induit une augmentation significative de la résistance et du module d'élasticité (17% et 25% respectivement pour un renfort de 30 % en fibres). Ce gain est attribué à l'amélioration de l'adhésion à l'interface fibre/matrice et à l'amélioration accrue de la résistance des fibres.

Les faciès de rupture ont montré que la dégradation du matériau en majeure partie est gouvernée par la rupture d'interface fibre-matrice.

Lors des essais de flexion, les résultats sont similaires à ceux de la traction. Cependant, l'augmentation du taux de fibres n'est pas bien traduite. La résistance du FD 30% est légèrement plus faible que celle du FD 20%. Cette différence, comme elle peut être liée à la dispersion peut aussi être attribué au changement des contraintes locales (cisaillement inter faciale).

Les faciès de rupture montrent que l'endommagement s'initie par le cisaillement à travers la résine et suivi par la rupture et l'extraction des fibres.

La variabilité des propriétés mécaniques en sollicitations statiques du Diss/polyester est de l'ordre de 12 %. Cette dernière est nettement inférieure à celle des fibres (30 et 50%). Le composite verre/polyester présente une variabilité comprise entre 8 et 10%. On note que ce résultat est cohérent avec celui du Diss/polyester.

La comparaison des caractéristiques des trois composites à masse identique montre que les performances de la structure composite FD-mat 30% traité sont très proche de celles des structures FV-mat et FJ-tissu.

Sous sollicitation dynamique (fatigue par chocs répétés) le composite FD-mat 30% traité présente une meilleure résistance à l'impact par rapport à celle du composite FJ.

Finalement, l'incorporation des fibres Diss dans la matrice polyester conduit à une amélioration des différentes propriétés du composite. D'où l'intérêt de l'utilisation des fibres Diss dans les composites biodégradables. L'optimisation de certains paramètres est nécessaire (longueurs des fibres, qualité de l'interface ...) pour une maîtrise meilleure du procédé d'élaboration.

Conclusion Générale

L'utilisation croissante des matériaux composites à renfort végétale est devenue un enjeu important soit sur le plan scientifique ou technologique. Le développement de moyens d'investigation et de caractérisation a beaucoup contribué à la compréhension, l'étude du comportement de ces nouveaux matériaux et de cerner les différents que peut rencontrer le secteur industriel.

Dans le cadre de notre travail, nous avons élaboré des composites à base des fibres végétales. Il s'agit de développer des éco-composites à matrice organique et de caractériser le comportement sous chargement statique et dynamique.

Le Diss (Amplemosdesmos) constitue une richesse végétale la plus abondante en Algérie. Pour le renforcement de la matrice polymérique (polyester), les fibres Diss ont subi des traitements alcalins (NaOH). Par conséquent, nous avons déterminé les propriétés physico-chimiques et mécaniques de la fibre végétale Diss.

L'analyse chimique a révélé que les fibres Diss sont constituées principalement de la cellulose α (44.1%). L'hémicellulose est de (27%). La lignine, les extractives et les cendres constituent respectivement 16.80, 9 et 3.1 %. De même, la densité spécifique de la fibre est de 0,89.

Le traitement à la soude caustique (5%) entraîne une diminution de l'ordre de 5% de la densité. De plus, il augmente la rugosité et nettoie de la surface des fibres. Le temps optimal de traitement est de 2 heures.

L'analyse par diffraction des rayons X et par infrarouge (FTIR) montrent que le traitement à 5% de NaOH conduit à la modification de la structure de la fibre. Au bout de 2h de traitement, le taux de cristallinité présente une augmentation de (42%). Les substances de cimentation des fibrilles (lignine et hémicellulose) sont partiellement éliminées.

Les résultats des essais de traction montrent que la fibre Diss présente un comportement fragile. La contrainte à la rupture évolue avec la longueur de jauge testée. Elle décroît avec l'augmentation de la longueur testée. La variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur est simulée par une loi exponentielle.

Vu l'importante dispersion observée des résultats, une analyse statistique basée sur le modèle de Weibull est faite. L'analyse des résultats par les distributions uni-modale et bimodale montre que la rupture des fibres est gouvernée par deux populations de défauts. Une bonne approximation est observée entre les données expérimentales et les valeurs de résistance prédites de Weibull bimodal pour les différentes longueurs utile. Par conséquent, la distribution cumulée de rupture est représentée de manière satisfaisante par une loi de Weibull et tend vers une modélisation bimodale. Le traitement alcalin améliore la résistance mécanique et ne présente aucun effet notable sur le module de Weibull.

Trois composites de différents taux de fibres sont élaborés. Il s'agit des renforts fibreux: verre, jute et Diss. Les composites Diss/polyester sous sollicitation statique présentent un comportement bilinéaire. Les caractéristiques mécaniques des composites verre/polyester sont supérieures à celles du Diss/polyester. Cependant, l'écart se réduit très substantiellement lorsque les propriétés sont ramenées à la densité du composite.

Conclusion Générale

L'augmentation de 10% en fraction volumique a un modeste effet sur la résistance à la traction pour les composites à renfort Diss avec un gain de 9,7% en module d'Young. Le traitement alcalin du renfort induit une augmentation significative de la résistance et du module d'élasticité (17% et 25% respectivement pour un renfort de 30 % en fibres). Ce gain est attribué à l'amélioration de l'adhésion à l'interface fibre/matrice et à l'amélioration accrue de la résistance des fibres.

Les essais de flexion trois points montrent le comportement semi fragile des différents composites élaborés. Les mécanismes associés à la propagation de fissure opèrent lors du processus de rupture: fissure matricielle, pontage et extraction des fibres. Une diminution de la résistance à la flexion est observée, pour les composites Diss brut/polyester. Cette réduction correspond à 16.73%. Elle est due principalement à la porosité non contrôlée de la surface de l'éprouvette en traction.

Notons que les traitements chimiques réalisés sur les fibres améliorent l'adhésion inter-faciale fibre matrice. Il y a une amélioration de 18.02 % de la résistance à flexion par rapport au polyester tout seul.

La comparaison des caractéristiques des trois composites à masse identique montre que les performances de la structure composite à renfort Diss 30% traité sont très proches de celles des structures à renfort verre et jute.

L'étude du comportement des composites sous sollicitation sévère (fatigue par chocs répétés) constitue une contribution à la compréhension de la cinétique d'endommagement des composites élaborés. La fréquence optimale de sollicitation empêchant un auto-échauffement supérieur à 10°C, est déterminée par des essais préliminaires. Les courbes d'endommagement des trois composites sont établies avec la fréquence d'essais de 5 Hz avec un rapport de charge de 0. Les courbes d'endommagement en fonction du nombre de cycles de fatigue sont caractérisées par l'existence de trois phases pratiquement distinctes. La première correspond à l'adoucissement. La seconde est quasi- linéaire et correspond à la phase de cumul de l'endommagement. La troisième phase n'apparaît qu'à partir d'un nombre de cycles relativement élevé.

Les essais de chocs répétés ont révélé que les composites Diss/polyester présentent une importante plastification (déformation irréversible). Contrairement aux essais statiques, l'introduction des fibres végétales améliore la résistance à l'impact. De plus, ces composites traités présentent une meilleure résistance à l'impact par rapport à celle des composites à renfort Jute.

Malgré la complexité et l'interférence des différents mécanismes associés à la rupture des composites, le travail effectué constitue une contribution de caractérisation très modeste. Evidemment de nombreux paramètres pouvant avoir une incidence non négligeable sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques restent à identifier.

A l'issue de ces résultats, certaines perspectives sont envisageables. Lors des essais de chocs répétés, les fréquences de sollicitations peuvent être augmentées jusqu'à 10 Hz. L'instrumentation du dispositif d'impact par des capteurs de force et de déplacement permet l'enregistrement instantané des courbes charge –déplacement. De ce fait, les critères d'endommagement et de

Conclusion Générale

fatigue sont beaucoup plus fiables et peuvent conduire à la proposition des modèles de simulation plus significatifs.

Bibliographie

- [AAT 02] AATCC 20A, Fibre Analysis: Quantitative. American Association of Textile Chemists and Colorists, Research Triangle Park, NC (2002)
- [ABR01] Abrate S. 2001, Modeling of impacts on composite structures. *Composite Structures*, article, vol. 51, 2, pages 129 – 138.
- [ADA04] Julien Adami. 2004, “Etude rhéocinétique et diélectrique de système réactifs à base de polyester insaturé (résine UP). Application au suivi en temps réel du processus de polymérisation dans le procédé RTM”. These; Lyon; 189 p.
- [ADD13] Frédéric Addeigo, 2013, Comportement mécanique des composites à base polymère : de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique. Public research centre Henri Tudor. www.tudor.lu
- [AGO86] RB. D'Agostino and MA. Stephens. Goodness-of-fit techniques. Marcell Dekker, New York, 1986.
- [ALB01] Albano C., Ichazo M., Gonzalez J., Delgado M., Poleo R. 2001 Effect of filler treatment on the mechanical and morphological behavior of PP+wood flour and PP+sisal fiber. *Mat. Res. Innovat.*, 4, 284-293.
- [ALI09] Alix, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., Marais, S., 2009. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. *Bioresour. Technol.* 100, 4742–4749.
- [AJA07] Ajay Karmarkar, S.S. Chauhan, Jayant M. Modak and Manas Chanda, Mechanical properties of wood– fiber reinforced polypropylene composites: 2007, Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38 (2), 227-233.
- [AMB98] Ambur D.R. et Starnes. J.H. 1998. Effect of curvature on the impact damage characteristics and residual strength of composite plates. In *structures, structural dynamics, and material conference*.
- [AND00] Andersson S., Serimaa R., Paakkari, T., Saranpaa P. & Pesonen E. crystallinity of wood and the size of cellulose crystallites in Norway spruce (*Picea abies*). *J Wood Sci*, 2003, 49, 531-537.
- [AST04] ASTM, ASTM D1776-04, Standard Practice for Conditioning and Testing Textiles. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. (2004).
- [ATA87] Atalla R. H. 1987. The structure of cellulose. *ACS Symp. Ser.*, 340
- [AWA11] Awal A., Cescutti G., Ghosh S.B., Müssig J. 2011, “Interfacial studies of natural fibre/polypropylene composites using single fibre fragmentation test (SFFT)”, *Composites Part A*, 42,1, pp. 50- 56.
- [BAL02] Baley, C. 2002 Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase”. *Composite Part A*, 33(7), pp. 939-948.
- [BAL04a] Baley C. 2004, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*. Ref.AM. 5 130, 15 pages
- [BAL04b] C. Baley, 2004, Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibre”, *Journal of Materials Science*, 39, pp. 331-334
- [BAL05a] C. Baley, Grohens Y., Pillin I. 2005, Etat de l'art sur les matériaux composites biodégradables”. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 14,2 pp. 135-166.
- [BAL05b] Baley C., Morvan C., Grohens Y. 2005, Influence of the Absorbed Water on the Tensile Strength of Flax Fibers”. *Macromolecular Symposia*, 222, pp.195-201.
- [BAL06] Baley C., Busnel F., Grohens Y., Sire O., 2006, “Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin”, *Composites Part A*, 37, 10pp. 1626-1637.
- [BAL07] Balnois E., Busnel F., Baley C., Grohens Y., 2007, An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibres”, *Composite Interfaces*, 14, 7, pp. 715-731.
- [BAT08] Bathias C, Pineau A. 2008, *Fatigue des matériaux et des structures 1*. ISBN 978-2-7462-1710-2.
- [BAT98] SK. Batra. 1985, Other long vegetable fibers, in *Handbook of Fiber Science and Technology: Fiber Chemistry*, volume Vol IV, pages 727–808. Marcel Dekker.
- [BEC97] W. Beckert and B. Lauke. Critical discussion of the single-fibre pull-out test: Does it measure adhesion, *Composite science and Technology*, 57 :1689–1706, 1997.

Bibliographie

- [BEL94] MN. Belgacem, P. Bataille, and S. Sapiaha. , 1994, Effect of corona modification on the mechanical properties of polypropylene/cellulose composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 53:379–385.
- [BES07] Bessadok A., Marais S., Gouanvé F., Colasse L., Zimmerlin I., Roudesli S., Métayer M., 2007, Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties, *Composites Science and Technology*, 67, 685–697.
- [BLA78] Blackwell J., Kolpak F. J., Garner K. 1978. *Tappi J.*, 61, 17-72
- [BLE99] Bledzki K., Gassan J., 1999 Composites reinforced with cellulose based fibres. Review Article” *Progress in Polymer Science*, 24, 2, pp. 221-274.
- [BOD07] Bodros E., Pillin I., Montrelay N., Baley C., 2007, Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications?”, *Composites Science and Technology*, 67, 3-4, pp. 462-470
- [BOD08] Bodros E., Baley C., 2008? Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (*Urtica Dioica*)”. *Materials Letters*, 62, pp. 2147-2149.
- [BOE64] H.V. Boenig. “Unsaturated Polyesters: Structure and Properties”. Elsevier, 1964
- [BOI05] Ph. Boisse, B. Zouari, A. Gasser. 2005: A mesoscopic approach for the simulation of woven fibre composite forming. *Composites Science and Technology* 65,429–436.
- [BOS04] H.L. Bos, 2004, “The potential of flax fibres as reinforcement for composite materials”, PhD thesis, Eindhoven,
- [BOU00] Boucher, D. T. 2000. Impact a faible vitesse sur un composite polypropylène/fibre de verre, mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de maîtrise des sciences appliquées, Montréal, 97p.
- [BOU07] Bourmaud, A., Baley, C. 2007, Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Polymer Degradation and Stability*, 92, 6, p. 1034-1045.
- [BOU08] Bourahli M.E.H., Osmani H, 2008, Impact fatigue behavior of woven jute reinforced polyester resin composites. *CIFMA03 - IFCAM03, 21-23 Avril/April 2008*
- [BOU13] Bourahli M.E.H., Osmani H, 2013, Chemical and Mechanical Properties of Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*) Fibers; *Fibers, Journal of Natural Fibers*, 10:3, 219-232, DOI:
- [BOU09a] Bourmaud A., Riviere J., Le Duigou A., Raj G., Baley C., 2009 ,Investigations of the use of a mussel-inspired compatibilizer to improve the matrix-fiber adhesion of a biocomposite”, *Polymer Testing*, 28, 6, pp. 668-672.
- [BOU09b] Bourmaud, A., Baley, C. 2009, Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer Degradation and Stability*, 9, 3, pp. 297-305.
- [BOU10] Bourmaud A, Morvan C, and Baley C, 2010, Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber"; *Industrial Crops and Products*, 32, 3: p.662-667
- [BRA 95] A. Brauman , M. Machicout, S. Treche , 1995, Étude préliminaire d'une technique de rouissage des racines de manioc en sac étanche sans ajout d'eau ; Transformation Alimentaire du Manioc, éditions ORSTOM (éd) O.
- [BRO72] Broutman L. J , Sahu S. 1972, *Composites Materials, testing and design*, ASTM STP , pp. 170-188.
- [BUR01] E.Bureau, k. Chebli, C. Cabot, J.M. Saiter, F. Dreux, S. Marais, M. Metayer. 2001, Fragility of unsaturated polyester resins cured with styrene: influence of the styrene concentration. *Eur. Polym. J.* 37, pp. 2169-2176.
- [CAB97] K. De La Caba, P. Guerero, A. Eceiza, I. Mondragon., 1997, Kinetic and rheological studies of two unsaturated polyester resins cured at different temperatures .*Eur. Polym. J.*, Vol 33, n°1, pp.19-23.
- [CAN00] Di Candilo & al., 2000, Di Candilo, Ranalli, Bozzi, Focher, Mastromei; Preliminary results of tests facing with the controlled reting of hemp; *Industrial crops and products*, 11; p197-203
- [CAN91] W.J. Cantwell et J. Morton. 1991, the impact resistance of composite materials, article. *Composites*, pages 362,

Bibliographie

- [CAP09] Caprino, G. P. Iaccarino et Lamboglia. A., 2009, the effect of shear on the rigidity in three-point bending of unidirectional CFRP laminates made of T800H/3900-2. *Composite Structures*, vol. 88, pages 360 – 366.
- [CAP99] Caprino, G. V. Lopresto, Scarponi C. et Briotti. G 1999, Influence of material thickness on the response of carbon-fabric/epoxy panels to low velocity impact. *Composites Science and Technology*, vol. 59, pages 2279-2286.
- [CAR02] Cartié D. D. R. et P. E. Irving. 2002, Effect of resin and fibre properties on impact and compression after impact performance of CFRP. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, pages 483–493.
- [CES07] Cesari, F. V. Dal Re, Minak G., Zuccheli A., 2007, Damage and residual strength of laminated carbon/epoxy composite circular plates loaded at the centre. *Composites Part A*, vol. 38, pages 1163–1173.
- [CHA04] Chakar F.S., Ragauskas A.J., 2004, Review of current and future softwood kraft lignin process chemistry, *Industrial Crops and Products*, 20, 131-141.
- [CHA07] Charlet K., Baley C., Morvan C., Jernot. J.P., Gomina M., Bréard. J., 2007, Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional
- [CHA09] Charlet K., Jernot J.P., Gomina M., Bréard J., Morvan C., Baley C., 2009, Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties”. *Composite Science & Technology*, 69, 9, pp.1399-1403
- [CHA83] Chanzy H, Noe P, Paillet M, Smith P 1983, *Journal of Applied Polymer Science : Applied Polymer Symposium* 37 239
- [CHA86] N. Chand and PK. Rohatgi. 1986, *Polymer communications*,
- [COL98] J.R. Collier and, JB. Collier. 1998, Process for obtaining cellulosic fiber bundles at least 2, 5 cm long from plant stalk rind. U.S. Patent N 5718802,
- [CHA98] K. Chaudhuri, M.A. Chaudhuri, 1998, Effects of short-term NaCl stress on water relations and gas exchange of two jute species. *Biologia plantarum* 40 (3) 373-380.
- [CHE91] Chen C. L. 1991, Lignin occurrence in woody tissues, isolation, reaction, and structure. Dans: *Wood structure and composition*. Eds. M. Lewin, I. S. Golstein, Chap. 5. New York, Marcell Dekker Inc
- [CHO91] Choi, H.Y., H.Y.T. Wu et Chang F.K. 1991, A new approach toward understanding damage mechanisms and mechanics of laminated composite due to low-velocity impact: Part II - analysis. *Journal of Composite Materials*, vol. 25, pages 1012–1038.
- [COM02] *Composite materials handbook, polymer matrix composites materials usage, design, and analysis*. 2002, Department of defense, USA, MIL-HDBK-17-3F, Vol 3, , Chapitre II, pp. 8-9.
- [CUI93] Cui, W. et Wisnom, W.R, 1993. A combined stress-based and fracture mechanics- based model for predicting delamination in composites. *Composites*, vol. 24, , pages 467 – 474,.
- [DAM10] Damien Soulat Juin 2010 Etude de préformes en fibre de lin Rafael Masdeu de Pedro Projet de fin de études (Ingénierie Industrielle) Maître de stage : Tuteur et coordinateur de projet : Enrique Barbero
- [DAN04] Daniel Guillon., *Fibre de verre de renforcement*”. *Technique de l’ingénieur, Traité Matériaux non métalliques*, A 2110, pp. 1-15.
- [DAV04] David Harper and Michael Wolcott, 2004, Interaction between coupling agent and lubricants in wood– polypropylene composites *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(3), 385-394.
- [DAV07] P. Davies, C. Morvan, O. Sire, C. Baley; 2007; Structure and properties of fibres from sea-grass (*Zostera marina*) *Journal of Materials Science*, Volume 42-13 ,4850-4857
- [DIN95] Ding Y., Yan Y., Mac ILHagger R., Brown D.; 1995; Comparison of the fatigue behaviour of 2-D and 3-D woven fabric reinforced composites - *Journal of materials processing technology* 55171-177
- [DOR88] Dorey, G.; 1988. Impact damage in composites - development, consequences and revention. In 6th international conference on composite materials.
- [DRA00] Dragon, A., F. Hild, L. Rota et H. Trumel. , 2000, Modélisation du comportement et de la rupture des matériaux sous sollicitations dynamiques. *Mécanique & Industries*, pages 521–537

Bibliographie

- [DUA99] Duarte, A. Herszberg I. et Paton. R. 1999, Impact resistance and tolerance of interleaved tape laminates. *Composite Structures*. Tenth International Conference on Composite Structures. Vol. 47, pages 753 – 758.
- [DUD02] Dudkin M. S., Danilova E. I., Shselkunov.; 2002.; *Appl. Biochem. and Microbiol.*, 38(1), 72-77
- [Dui08] A Le Duigou, I Pillin, A Bourmaud, P Davies, C Baley. , 2008, Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly (L-lactide) composites. *Composites: Part A*. Vol. 39, pp. 1471–1478.
- [Dui10] Le Duigou A, Davies P, Baley C. , 2010; Interfacial bonding of flax fiber/poly(L-lactide) biocomposites ; *Composites Science and Technology*. Vol. 70, pp. 231-239.
- [DUN95] D. Dunaway, B. Thiel, and C. Viney., 1995, Tensile mechanical property evaluation of natural and epoxide-treated silk fibers”. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 58, pp. 675–683.
- [DUV10] Duval A., Bourmaud A., Augier L., Baley C., 2010 ,Influence of the sampling area on the stem on the mechanical properties of hemp fibers, *Materials Letters*. 26 -11-10
- [DYE98] DYER K. P., ISAAC D. H.;1998; Fatigue behaviour of continuous glass fibre reinforced composites - *Composites Part B* 29B 725–733
- [ECH95] Echtermeyer A., Engh B., Buene L.; 1995; Lifetime and Young’s modulus changes of glass/phenolic and glass/polyester composites under fatigue - *Composites* Vol. 26 No 1, pp. 10-16
- [EHR00] Ehrentein, Gottfried W. Montagne, Fabienne. 2000, *Matériaux polymères, structure, propriétés et application*. Hermès science publication, Paris, pp.124-157.
- [ENG98] JangKyo Kim ; Yiv Wing Mai; 1998; *Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites* edition ELSEVIER.
- [EVA03] Evans B. W., Snape C. E., Jarvis M. C.;2003;. *Phytochemistry* 63, 765-769.
- [EVA95] Evans R., Newman R. H., Roick U. C., 1995; Suckling I. and Adrian F. D., Wallis A..*Holzforchung* 49, 498-504
- [EXP99] Expertise collective, 1999 ; Effets sur la santé des fibres de substitution à l’amiante. INSERM: Paris.
- [FED03] R. Fedič, M. Žurovec, and F. Sehnal. 2003, Correlation between fibroin amino acid sequence and physical silk properties”. *Journal of Biological Chemistry*, Vol. 278 (37), pp. 35255–35264,
- [FEN83] Fengel. D. et G. Wegener, 1983, *Derivatives of cellulose* , *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*, Berlin: de Gruyter; pp. 66-105.
- [FER77] Ferrus R. and Pagès F. 1977. *Cell. Chem. Technol.*, 11, 633-637
- [FIC11] Fiche Toxicologique FT 282; Édition 2011; Fibres de cellulose Numéro CAS 9004-34-6 Numéro CE232-674-9 Synonymes Alpha-cellulose Cellulose microcristalline(1,4-β-D-glucosyl)n 1,4-β-D glucane ; Fiche établie par les services techniques et médicaux de l’INRS (S. Binet, S. Malard, M. Ricaud, A. Romero-Hariot, B. Savary)
- [FIN01] Fink H-P, Weigel P, Purz HJ, Ganster ,2001, *J Progress in Polymer Science*, 26, 1473
- [FRI02] Fricain J. C., Granja P. L., Barbosa M. A., De Jéso B., Barthe N., Bacquey C., 2002, *Biomaterials* 23, 971-980
- [FUJ94] Fuji T., Lin F.; 1995; Fatigue behavior of a plain-woven glass fabric laminate under tension/torsion biaxial loading - *Journal of Composite Materials*, Vol. 29, No. 5 / p. 573-590
- [FUO98] Fuoss, E. P.V. Straznicky et Poon C.; 1998, Effects of stacking sequence on the impact resistance in composite laminates, Part 1 and Part 2: parametric study. *Composite Structures*, vol. 41, p 67-86.
- [GAN02] Gandini, A., Belgacem, M. N.; 2002; La chimie des substances renouvelables. *L’actualité chimique*.p. 6-14.
- [GAR00] Garkhail, S.K., Heijenrath, R.W.H, T. Peijs; 2000; Mechanical properties of natural-fibre-mat reinforced thermoplastics based on flax fibres and polypropylene. *Appl. Compos.Mater.* 7, 351–372

Bibliographie

- [GAR11] Garnier, C.; 2011, Etude du comportement dynamique des structures composites réalisées par LRI : application à l'impact et à la fatigue, thèse de doctorat en Génie mécanique, Mécanique des matériaux, Toulouse, 184p.
- [GAS94] J. Gassan and AK. Bledski.; 1994, Stress rupture of natural fibres reinforced composites materials. In 6th International Techtexil Symposium, Frankfurt,.
- [GAS96] J. Gassan and AK. Bledski. 1996, Die Agnew Makromol Chem, 236,.
- [GAS99] Gassan J., Bledzki AK., 1999, Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Composites Science and Technology*, 59, 1303-1309.
- [GAT93] P. Gatenholm, H. Bertilson, and A. Mathiasson.; 1993;The effect of chemical composition of interphase on dispersion of cellulose fibers in polymers i : Pvccoated cellulose in polystyrene. *Journal of Applied Polymer Science*.
- [GLO10] Glossaire des matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelable, 2010, centre d'animation régionale en matériaux avancés.
- [GRA01] Granja P. L., Pouysegu L., Deffieux D., Daudé G., De Jéso D., Labrugère C., Bacquey C.2001. *J. Appl. Polym. Sci.*, 82, 3354-3365
- [GRO 89] Grobe. A., 1989, *Polymer Handbook* , Editions J. Bandrup et E.H. Immergut, New York., pp. 117-170.
- [GUI00] Guinard S. O. Allix, D. Guedra-d et Vinet, A., 2000, Tenue aux petits chocs des structures en stratifié composite. Rapport technique, *Annales des composites, délaminage des multicouches : phénomènes, modèles et critères*.
- [HAM92] S. Dong, S. Sapieha, and HP., 1992, *Schreiber. Polymer Engineering and Science*, 32,.
- [HAM94] Hamada, H., Ikuta, N., Nishida, N., Maekawa, Z. ,1994, Effect of interfacial silane network structure on interfacial strength in glass fibre composites, *Composites*, v.25, p.512.
- [HAQ09] Haque, Md.M., Hasan, M., Islam, Md.S., Ali, Md.E., 2009,. Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fibre reinforced polypropylene composites. *Bioresour.Technol.* 100, 4903–4906.
- [HAR98] Harrington, J. J., 1998, Microfibril Angle in Wood. Ed B.G Butterfield , IAWA/IUFRO.
- [HEA63]HEARLE (J.W.S.) 1963: The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers. *Journal of Applied Polymers Science*, 7, p. 1207-1223
- [HEA80] Hearle JWS, 1963, The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers , *Journal of applied polymers Science*, 7 pp. 1207-1223.
- [HEN97] G. Henriksson., 1997, Identification and retting efficiencies of fungi isolated from dew-retted flax in the united states and europe. *Applied Environmental Microbiology*, 63(4):3950–3956,
- [HER04]Herrera-Franco PJ, Valadez-Gonzales A., 2004, Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. *Composites Part A*; 35:339–45.
- [HIG77] Higuchi T., 1977, *Biochemistry and Molecular Biology of Wood*. Springer-Verlag, Berlin
- [HIN95] Hinrich, S. V. Chen, Jegley, D. L.C. Dickinson et K. Edward., 1995, Effects of impact on stitched/RFI compression panels. In NASA conference publication 3294,
- [HIT05] Hitchen, S.A. et Kemp, R.M.J, 2005, The effect of stacking sequence on impact damage in a carbon fibre/epoxy composite. *Composites*, vol. 26, pages 207–214.
- [HOL02] *Holzforschung* , Gindl W. 2002, *Holzforschung* 56, 395-401
- [HON08] Hong C.K., I. Hwang, N. Kim, D.H. Park, B.S. Hwang, C. Nah. 2008, Mechanical properties of silanized jutepolypropylene composites. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 14, 71-76.
- [HON91] Hon, D. N. S.; Shiraishi, N., 1991, *Wood and cellulosic chemistry*, Marcel Dekker Inc., New York,
- [HUL03] Hult E. L., Iversen T., Sugiyama J., 2003, *Cellulose* 10, 103-110
- [INS87] Institut Textile Français., 1987, *Characteristics of fibres* ». Editions de l'industrie textile, Spirale S.A. (paris).

Bibliographie

- [JAN92] Jean-Claude Jannel., 1992, “Polyesters insaturés UP”. Technique de l’ingénieur, traité Plastique et Composites, AM 3445, pp. 1-19.
- [JIH93] Jih C.H. et Sun, C.T., 1993, Prediction of delamination in composite laminates subjected to low velocity impact. *Journal of Composite Materials*, vol. 27, pages 684–701.
- [JOD94] P. Jodin, Le bois matériau d’ingénierie., 1994, Eds. Arbolor Nancy. ISBN 2-907086-07-03
- [JOS85] Joshi S.P. et Sun, C.T. 1985, Impact induced fracture in laminated composite. *Journal of Composite materials*, vol. 19, pages 51–66.
- [JOS87] Joshi, S.P. 1987, Impact-induced fracture initiation and detailed dynamic stress field in the vicinity of impact. American Society of Composite 2nd Technical Conference.
- [KAM09] Kaminski, M. et J.F. Maire., 2009, Tolérance aux dommages des structures composites impactées : un état des lieux. In Tolérance aux dommages sur les structures composites (impact faible énergie).
- [KAN02] Kandachar P, 2002, Opportunities for product development for industrial applications in polymers reinforced with natural fibres, Proceedings of the 23rd Risø International symposium on materials science, Risø national laboratory, Denmark
- [KAN98] Kan, H.P. 1998, Enhanced reliability prediction methodology for impact damaged composite structures. Final report DOT/FAA/AR-97/79, US Department of transportation, Federal Aviation Administration, Office of Aviation Research, Washington, DC 20591.
- [KAR96] Karmaker A.C., Youngquist J.A. 1996, Injection molding of polypropylene reinforced with short jute fibers *J. Appl. Polym. Sci.*, 62, 1147-1151.
- [KAR97] Karnani R, Krishnan M., Narayan R. 1997, Biofiber-reinforced polypropylene composites *Polym. Eng. Sci.*, 37(2), 476-483.
- [KAW73] Kawabata S., Niwa M., and Kawai H. 1973, The Finite Deformation Theory of Plain Weave Fabrics Part I: The Biaxial Deformation Theory. *J. Textile Inst.*, 64, 1, p. 21-46.
- [KEE04] T. J. Keener, R. K. Stuart and T. K. Brown, 2004, Maleated coupling agents for natural fibre composites *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35 (3), 357-363.
- [KHA02] Khan MA, Rahman MM, Akhunzada KS. 2002 Grafting of different monomers onto jute yarn by in situ UV radiation method: effect of additives. *Polym Plast Tech Eng*;41;4:677–89.
- [KHA05] Al-Khanbashi A., Al-Kaabi K., Hammami A, 2005, Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization, *Polymer Composites*, 26 , 486-497.
- [KHA06] Khan M. A.; Haque N; Al-Kafi A; Alam M. N.; Abedin M. Z.; 2006, Jute reinforced polymer composite by gamma radiation : Effect of surface treatment with UV radiation. *Polymer-plastics technology and engineering*. vol. 45, no4-6, pp. 607-613
- [KAZ04] O. Kazuya , T. Fujii, Y. Yamamoto, 2004, Development of bamboo-based polymer composites and their mechanical properties *Composites: Part A* 35 377–383
- [KIR63] R.H. Kirby. *Vegetable fibres*. Interscience Publishers, Inc., New York, London, 1963.
- [KIS04] Kishi, H. M. Kuwata, S. Matsuda, Asami T. et Murakami. A. 2004, Damping properties of thermoplastic-elastomer interleaved carbon fiber-reinforced epoxy composites. *Composites Science and Technology*, vol. 64, pages 2517-2523.
- [KLE02] Klemm D., Schmauder H. P., Heinze T. 2002, Dans: *Biopolymers*, vol. 6. Eds. E. andamme, S. De Beats, A. Steinbüchel, Wiley-VCH, Weinheim. 290-292
- [KOH02] Köhler L. et Spatz H.C. 2002: Micromechanics of plant tissues beyond the linear-elastic range. *Planta*, 215, p.33-40.
- [KOL76] Kolpak F. J., Blackwell J. 1976. *Macromolecules* 9, 273
- [KRA97] P. Krawczak, “Essais des plastiques renforcés”. Techniques de l’ingénieur, traité plastiques et composites, AM 5405, 1997, pp 1-24.
- [KRO90] J.L. Kroschwitz. 1990, *Polymers : Fibres and textiles*. Willey, New York,
- [KUM97] Kumaran M. S. Sreekala, M. G., Sabu Thomas, 1997, Oil Palm Fibers: Morphology, Chemical Composition, Surface Modification, and Mechanical Properties; *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 66, 821-835.

Bibliographie

- [LAM00] Lamy B., Baley C., 2000, Stiffness prediction of flax fibres/epoxy composite materials”. *Journal of Materials Science Letters*, 19, pp. 979-980.
- [LAN93] DA. Lange, HM. Jennings, and Shah SP. Analysis of surface roughness using confocal microscopy. *Journal of Material Science*, 28: 3879–3884, 1993.
- [LAN99] Lange W., Faix O. 1999. *Holzforschung* 53, 519-524
- [LEH92] J.C. Lehiref, F. Cancre. 1992, “La qualité du contrôle par ultra-sons des matériaux composites utilisés en construction navale”. Ifremer, Actes de colloques n° 15. communication n° 32 pp338-345.
- [LEM75] Lemaitre J, Chaboche J.L., 1975, *Mécanique des matériaux solides*, édition DUNOD.
- [LES92] F. Lesbre, P. Potet, F. Artigai. , 1992, “ Application de la thermographie infrarouge au contrôle non destructif des matériaux composites utilisés en construction navale”. Ifremer, Actes de colloques n° 15. Communication n° 31, pp. 333-336.
- [LIU87] D. Liu et L.E. Malvern. 1987, Matrix cracking in impacted glass/epoxy plates. *Journal of Composite Materials*, vol. 21, pages 594–609.
- [LOA06] Loan Doan Thi Thu; 2006, Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices; Thèse de doctorat, l’université de Dresden.
- [MAR64] Marchessault R. H. et Setterini W. J. 1964, *Polym.Lett.*, 2, 1047-1051
- [MAR91] Martinez A. T., Gonzalez A. E., Prieto A., Gonzalez-Vila F. J., Fründ R. 1991, *Holzforschung* 45, 279-284
- [MAR98] Martina Wollerdorfer, Herbert Bader, 1998, Influence of natural fibres on the mechanical properties of biodegradable polymers, *Industrial Crops and Products* 8 105–112
- [MAS03] Masudul Hassan M, Islam MR, Khan MA. 2003, Improvement of physicomechanical properties of jute yarn by photografting with 3-(trimethoxysilyl) propylmethacrylate. *J Adhes Sci Technol*; 17(5):737–50.
- [MAY08] Maya Jacob John, Rajesh D. Anandjiwala, 2008; Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites; *Polymer composites*, 187-207.
- [MEC07] Mechraoui, A., Riedl, B., Rodrigue, D. 2007, The effect of fibre and coupling agent content on the mechanical properties of hemp/polypropylene composites, *Comp. Interfi*, 14(7-9), 837-848.
- [MER08] Merzoud M, Habita M.F, 2008, Elaboration de composite cimentaire à base de *Diss Ampelodesma Mauritanica* , *Journal Afrique Science*, Vol 4 (2), pp.
- [MER93] J.P. Mercier, E. Maréchal. “Chimie des polymères. Synthèse, réactions, dégradations”. *Traité des matériaux* 13, 1993, pp 1-449.
- [MCL80] McLaughlin et Tait, 1980, McLaughlin E.E., Tait R.A. (1980) Fracture mechanisms of plants fibers *J Mater. Sci.*, 15, 89-95
- [MIN01] Min Zhi Ronga,b, Ming Qiu Zhangb, Yuan Liub, Gui Cheng Yangb, Han Min Zengb, 2001; The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites *Composites Science and Technology* 61:1437–1447
- [MIT92] KL. Mittal., 1992, Silanes and other coupling agents. VSP BV, Netherlands,.
- [MIT05] Mitrevski, T. I.H. Marshall, Thomson R., R. Jones et Whittingham B., 2005, The effect of impactor shape on the impact response of composite laminates. *Composite Structures US Air Force Workshop Damage Assessment of Composite Structures.*, vol. 67, pages 139-148.
- [MIT06] Mitrevski, T. I.H. Marshall et Thomson. R., 2006, The influence of impactor shape on the damage to composite laminates. *Composite Structures*, vol. 76, no. 1-2, pages 116 – 122. Fifteenth
- [MNC90] M.N. Cazaurang, S. Peraza and C.A. Cruz-Ramos, 1990, Dissolving-grade pulps from henequén fibers. *Cellulose Chem Technol* ; 24 : 629–638
- [MOH00] Mohanty A.K., Misra M., Hinrichsen G., 2000; Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites : An overview”, *Macromolecular Materials and Engineering*, 276/277, pp.1-24.
- [MON80] B. Monties, *Les polymères végétaux*. Paris, France, 1980 .p. 87–121
- [MUK72] J.J. Mukherjee, 1972, Long vegetable fibres. *Textile Progress*, 4:8–9,

Bibliographie

- [MUK86] Mukherjee P.S., Satyanarayana K.G. 1986 An empirical evaluation of structure-property relationships in natural fibers and their fracture behavior *J. Mater. Sci.*, 21, 4162-4168
- [MWA02] Mwaikambo, L.Y., Ansell, M.P., 2002. Modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok fibres by alkalization. *J. Appl. Polym. Sci.* 84, 2222–2234.
- [MWA99] Mwaikambo L.Y., M.P. Ansell, 1999; The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok fibres for composite reinforcement; *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* 272, 108-116.
- [NEC04] Nechad Hanane. 2004, Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique: estimation de la durée de vie". Thèse : Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, , p 16.
- [NEL64] Nelson M. T., O'Connor R. T. 1964. *J. Appl. Polymer Sci.*, 8, 1325-1341
- [NEV95] TP. Nevell and SH. Zeronian. 1995, *Cellulose chemistry and its applications*. Wiley, New York
- [OCO58] O'Connor R. T., Dupré E. F., Micham D. 1958. *Text. Res. J.*, 28, 382-392
- [OLS00] Olsson R. 2000, Mass criterion for wave controlled impact response of composite plates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31. 8, p 879 – 887.
- [OLS04] Olsson A. M., Salmén L. 2004. *Carbohydrate Res.*, 339, 813-818
- [OSU97] O'Sullivan A. C. 1997. *Cellulose* 4, 173-207
- [OUA 05] Ouajai. S, Shanks. R.A., 2005, Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatment, *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 89, 327-335.
- [PAI06] Faulstich de Paiva JM., Frollini E, 2006, Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 405-417.
- [PAN01] Pandita S., Huysmans G., Wevers M., Verpoest I. Tensile fatigue behaviour of glass plain-weave fabric composites in on- and off-axis directions - *Composites: Part A*, 32 (2001) 1533-1539
- [PAR01] Soo-Jin Park and, Joong-Seong Jin; 2001, Effect of silane coupling agent on interphase and performance of glass fibers/unsaturated polyester composites. *Journal of colloid and interface science* 242, pp. 174-179.
- [PAS04] M.L Pastor. 2004, Étude d'un traitement chimique de la surface des fibres naturelles sisal sur les propriétés d'interface fibre/matrice. Mémoire de DEA Génie Mécanique et Génie Civil,. Université de Clermont-Ferrand II, France.
- [PAV91] C. Pavithran, P.S. Mukherjee, and M. Brahmakumar. 1991, Coir-glass intermingled fibre hybrid composites. *Journal of Reinforced Plastics Composites*, 10(1): 91–101.
- [PER00] K. Persson, 2000, Micromechanical modelling of wood and fibre properties, in Department of Méchantes and Materials, Structural Méchantes Lund, Sweden: Lund University.
- [PÉR 00] J. Pérez-Rigueiro, C. Viney, J. Llorca, and M. Elices., 2000, Mechanical properties of silkworm silk in liquid media". *Polymer*, Vol. 41, pp. 8433–8439.
- [PÉR 98] J. Pérez-Rigueiro, C. Viney, J. Llorca, and M. Elices., 1998, Silkworm silk as an engineering material". *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 70, pp. 2439–2447,.
- [PLA03] D. Placketta, T. Løgstrup Andersenb, W. Batsberg Pedersenc, L. Nielsenc, 2003, Biodegradable composites based on l-poly lactide and jute fibres *Composites Science and Technology* 63 , 1287–1296.
- [PLA04] D. Plackett and A. Vázquez, 2004, *Green Composites: polymer composites and the environment*, Woodhead Publishers, Cambridge, p. 123.
- [PRA83] SV. Prasad, C. Pavithran, and HK. Pohatgi. *Journal of Material Science*, 18, 1983.
- [QAZ05] N. Taheri Qazvini, N. Mohammadi. 2005, Dynamic mechanical analysis of segmental relaxation in unsaturated polyester resin networks, Effect of styrene content. *Elsevier, polymer* 46, pp. 9088-9096.
- [QUE02] Quesada J., Teffo-Bertaud F., Croué J. P., Rubio M. 2002. *Holzforchung* 56, 32-38

Bibliographie

- [**QUE85**] Quenin I Thèse de l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble (1985) Précipitation de la cellulose à partir des solutions dans les oxydes d'amines tertiaires : application au filage.
- [**RABTE**] Rabbe P, Lieurade HP, Galtier A. Essais de fatigue : partie I. Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques. M4170. Pages 1-22.
- [**RAJ90**] RG. Raj, BV. Kokta, and C. Daneault. Journal of Applied Polymer Science, 4(40), 1990.
- [**RAO81**] Rao, R. M. V. G. K., Balasubramaniam, N. And Chanda, Manas, 1981J. App. Poly. Sci. Engg., 26, p. 9069
- [**RAY01**] Ray Dipa, B K Sarkar, A K Rana, N R Bose, 2001, Effect of alkali treated jute fibres on composite properties; Bull. Mater. Sci., Vol. 24, No. 2, 129-135.
- [**REY90**] Reyne, M. 1990, Technologie Des Composites, Traité des nouvelles technologies. *Série Matériaux ; Hermès*, , v.13.
- [**RIC96**] Richardson M.O.W et Wisheart M.J. 1996 Review of low-velocity impact properties of composite materials. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 27, pages 1123 – 1131.
- [**ROE85**] PJ. Roe , MP Ansell., 1985; Jute-reinforced polyester composites. Journal of Material Science, 20(11):4015–4020.
- [**ROM97**] JL. Romeu. 1997, Statistical Analysis of Material Data Part III : On the Application of Statistics to Materials Analysis. IIT Research Institute (Amptiac).
- [**ROZ00**] Rozman H.D., Lai C.Y., Ismail H., Mohd Ishak Z.A.2000, The effect of coupling agents on the mechanical and physical properties of oil palm empty fruit bunch-polypropylene composites Polym. Int., 49, 1273-1278.
- [**ROW95**] Rowell, R. M., Jacobson R., O'dell, J. L. 1995, Use of Natural Fibers in Resin. Transfer molding. International Conference on Wood fiber – plastic Composites. Madison, USA, 137-140 p.
- [**SAB08**] K. Sabeel Ahmed, S.Viyayarangan. 2008, Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites, Journal of materials processing technology 207 p.330-335.
- [**SAH10**] Saha, P, Manna, S., Roy Chowdhury, S., Sen, R., Roy, D., Adhikari, B., 2010, Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibres by alkali-steam treatment. Bioresour. Technol. 101, 3182–3187.
- [**SAK80**] Sakakibara, A., 1980, Wood Sci. Technol., 14, 89.
- [**SAK93**] I. Sakata, M. Morita, N. Tsuruta, and K. Morita. 1993, Journal of Polymer Science, 2(49).
- [**SAL97**] L. Salmon., 1997, Etude de la dégradation hydrolytique de l'interface fibre-matrice dans les matériaux composites fibre de verre-résine époxyde". Thèse ENSAM, Paris, pp 137.
- [**SAN01**]C. Santulli; 2001; Post-impact damage characterization on natural fibre reinforced composites using acoustic emission. NDT&E Int 34(8):531–546.
- [**SAN96**] Sanger L. J., Cox P., Splatt P., Whelan M. J., Anderson J. M. 1996. Soil Biol. and Biochem. 28(7), 829-835
- [**SAR76**] Sarko A, Southwick J, Hayashi J 1976, Macromolecules 9 857
- [**SAR71**] Sarkanen K. V. 1971, Precursors and their polymerization. Lignins: Occurrence, formation, structure and reactions. Eds. K. V. Sarkanen, C. H. Ludwig. Wiley-Interscience. Ch. 4.95
- [**SAR78**] Sarko A. 1978. Tappi 61, 2, 59-61
- [**SAS00**] Sassi J. F., Tekely P., Chanzy H. 2000. Cellulose 7, 119-132
- [**SAT02**] Satge C ; 2002 Étude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides. Université de Limoges.
- [**SCA86**] Scalbert A., Monties A., Guittet E., Lallemand J. Y. 1986. Holzforschung 40, 119-127
- [**SCH98**] W. P. Schmidt, H. M. Beyer, 1998, SAE Technical Paper 982195, Dec.
- [**SED07**] D. Sedan, 2007, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite Thèse de doctorat de l'Université de Limoges,

Bibliographie

- [SED91] Sederoff R. et Chang H. M. 1991. Lignin Biosynthesis. Dans: Wood structure and composition. Eds. M. Lewin, I. S. Golstein, Chap. 6. New York, Marcell Dekker Inc
- [SEG 58] Segal. L., Creely J.J., Martin Jr. A.E., and Conrad C.M., 1958, An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose using the X-Ray Diffractometer”, Textile Research Journal, , p. 786-794.
- [SEG59] Segal, L., Creely, J.J., Martin, A.E., Conrad C.M. 1959, An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. Textile Res. J., v.29, p. 786 -794.
- [SEM84] MA. Semsarzadeh, A.R. Lotfali, and H. Mirzadeh. 1984, Jute reinforced polyester structures. Polymer composites, 5 (2).
- [SHI85] Shivakumar K.N., W. Elber et W. Illg. Prediction, 1985, of low-velocity impact damage on thin circular laminates, article, Journal of American Institute of aeronautics and Astronautics, vol. 23, pages 442–449.
- [SIA95] J. F. Sîau, 1995. Wood: Influence of moisture on physical properties: Department of Wood Science and Forest Products, Virginia Polytechnic Institute and State University, USA.
- [SIM00] SIMS G., BROUGHTON W. Comprehensive Composite Materials - Volume 2; (ISBN: 0-080437206); Glass fiber reinforced plastics properties pp. 151-197
- [SIN08] Sinha, S., Rout, S.K., 2008, Influence of fibre-surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute. J. Mater. Sci. 43, 2590–2601
- [SJO88] Sjöblom P.O, J.T Hartness et T.M. Cordell. 1988, On low-velocity impact testing of composite materials. Article, Journal of Composite Materials, vol. 22, pages 30–52,
- [SRE 09] Sreekumar, P.A., Thomas, S.P., Saiter, J.M., Joseph, K., Unnikrishnan, G., Thomas, S. 2009. Effect of fibre surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. Compos.Pt. A 40, 1777–1784.
- [SIQ10] Siqueira Gilberto, Julien Bras, Alain Dufresne, 2010; Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications; Polymers 2, 728-765.
- [SIX04] Sixta H., Promberger A., Koch G., Gradinger C., Messner K. 2004. Holzforschung 58, 14-21
- [SJO81] Sjöström, E. Wood chemistry. 1981 Fundamentals and applications, Academic Press, London.
- [SPA99] Spatz H.CH., Köhler L. et Niklas K.J. 1999: Mechanical behaviour of plant tissue: composite materials or structures ? The Journal of Experimental Biology, 202, p. 3269-3272.
- [SRE96] S. Sreenivasan, P. Bahaman Iyer, and KR. Krishna Iyer. 1996, Journal of Material Science, 31,
- [SRI82] MK. Sridhar and G Basavarajappa. , 1982; Evaluation of jute as reinforcement in composites. Indian J Textile Res, 7:87–92.
- [STA01] Stana-Kleinschek K., Kreze T., Ribitsch V., Strnad S. 2001. Colloids and Surfaces A 195, 275-284
- [STR01] Strnad S., Kreze T., Stana-Kleinschek K., Ribitsch V. 2001. Mat. Res. Innovat., 4, 197-203
- [SUG91] Sugiyama, J., Vuong, R., Chanzy, H. 1991, *Macromolecules*, , v.24, p.4168-4175.
- [SUI09] Sui, G., Fuqua, M.A., Ulven, C.A., Zhong, W.A., 2009. A plant fibre reinforced polymer composite prepared by a twin-screw extruder. Bioresour. Technol. 100, 1246– 1251.
- [SUK97] K. Sukumaran et al. 1997, Structure, physical and mechanical properties of plant fibres of kerala. Met Mater Process, 13(2-4) :121–136.
- [SUM10] Summerscales J., Dissanayake N., Virk ., Hall W., 2010, A review of bast fibres and their composites. Part 1. Fibres as reinforcements”. Review Article”, *Composites Part A*, 41,10, pp.1329-1335.
- [TAI99] Tai, N.H. C.C.M. Ma, Lin J.M. et Wu. G.Y. 1999, Effects of thickness on the fatigue-behavior of quasi-isotropic carbon/epoxy composites before and after low energy impacts. Composites Science and Technology, vol. 59, pages 1753-1762.
- [TAR91] Tarchevsky, I. A. Marchenko, G. N. 1991. Cellulose: Biosynthesis and structure, Springer-Verlag, Berlin
- [TAS02] Tasker S., 1994 Baydal J. P. S., Backson S. C. E. and Richards R. W. Polym. J., 35(22), 4717-4721

Bibliographie

- [TEC95] Pannetier J. 1995, Techniques d'analyse des diagrammes de diffraction des rayons X et de neutrons par les poudres Formation permanente du CNRS, Nantes.
- [TECH2] Rabbe P, Lieurade HP, Galtier A. Essais de fatigue : partie I. Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques. M4170. Pages 1-22.
- [TEI02] Teischinger. Gindl W., A. 2002. Composites: Part A 33, 1623-1628
- [THI06] Thi-Thu-Loan Doan, Shang-Lin Gao, Edith Mäde, 2006; Jute/polypropylene composites Effect of matrix modification; Composites Science and Technology 66, 952-963.
- [THU11] Thuault A., 2011, Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin. Thèse de doctorat, Université de Caen Basse Normandie.
- [THY05] Thygesen A., Oddershede J., Lilholt H., A.B. Thomsen et K. Stahl, 2005, "On the determination of crystallinity and cellulose content in plant fibres", Cellulose, Vol. 12, pp.563-576.
- [TOB93] BC. Tobias. 1993, Tensile and impact behaviour of natural fibre-reinforced composites materials in advanced composite materials. The Minerals, Metals and Materials Society.
- [TRE07] Sy Trek Sean, 2007, Composites from Newsprint Fiber and Polystyrene Polymer-Plastics Technology and engineering, 46(4), 421 – 425.
- [TRO08] Troedec, M., Sedan, D., Peyratout, C., Bonnet, P., Smith, A., Guinebretiere, R., Gloaguen, V., Krausz, P., 2008. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. Compos.Pt. A 39, 514–522
- [TRO11] Troussel E., J. Rannou, F. Laurin, L.Guillaumat et Jean-F. Maire. 2011, Vers la prévision des dommages induits par un impact basse vitesse sur structures composites stratifiées ou tissées. Article. The French Aerospace Lab.vol 10.
- [TSE 05] V. Tserki, N.E. Zafeiropoulos, F. Simon et C. Panayiotou, 2005,"A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres", Composites Part A.
- [VAL99] Valadez-Gonzales A., Cervantes-Ue J.M., Olayo R., Herrera-Franco P.J. 1999, Chemical modification of henequen fibers with an organosilane coupling agent Compos. Part B-Eng. 30, 321-331.
- [VAN02] K. Van de Velde, P. Kiekens , 2002, Biopolymers : overview of several properties and consequences on their applications. Polymer Testing 21, 433–442.
- [VAR84] DS. Varna, M. Varna, and IK. Varna. Res Int, 54, 1984.
- [VDW06] Van de Weyenberg I, Chi Truong T., Vangrimde B. ,Verpoest I., 2006,"Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment", Composites Part A, Vol. 37, pp. 1368-1376.
- [VERTE] Jaques Verdu. "Structures macromoléculaires tridimensionnelles". Technique de l'ingénieur, Traité Matériaux non métallique, pp. 1-14.
- [VON73] Vonk, C. G. Computerization of Rulands X-ray method for determination of crystallinity in polymers. J. Appl. Crystallogr, 1973, v.6, p.148 -152.
- [WAM03] Wambua P, Ivens J, Verpoest I., 2003, « Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? ». Composites Science and Technology; Vol. 63, pp. 1259–1264.
- [WAT08]L Watson, Dallwitz MJ. 2008. Les genres d'herbe du monde: descriptions, illustrations, l'identification et la récupération des informations, y compris les synonymes, la morphologie, l'anatomie, la physiologie, la phytochimie, cytologie, la classification, les agents pathogènes, du monde et de distribution locale et des références.
- [WGT01] W.G.T. Willats, L. McCartney, W/ Mackie, J, P Knox,, Plant Molecules Biology, 2001, volume 47, No (1-2), pp.9-27
- [WIKJU][http://fr.wikipedia.org/wiki/Jute_\(plante\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/Jute_(plante)).
- [XIN04] C. Xing. 2003, Characterization of urea-formaldehyde resin efficiency affected by four factors in the manufacture of medium density fibreboard. PhD thesis, Département des sciences du bois et de la forêt de l'Université Laval, Québec, Canada,.

Bibliographie

[XUE07] Li Xue, Tabil LG., Panigrahi S., 2007; Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review, *Journal of Polymer Environment*, 15, 25–33.

[YAM05] Yamamoto, T., Medina, L., Schledjewski, R. 2005. Tensile properties of natural fibre reinforced thermoset composites, *Adv. Comp. Lett.*, 14(1), 29-34.

[YAN01] H. Yang, L.J. Lee. 2001, Comparison of unsaturated polyester vinylester resins in low temperature polymerization. *J. Appl. Polym. Sci*, Vol 79, pp.1230-1242.

[YUA07] Yuanjian, T., Isaac, D.H. 2007. Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites, *Comp. Sci. Tech.*, 67, 3300-3307

[ZAF02] NE. Zafeiropoulos, DR. Williams, CA. Baillie, and FL. Mathews. 2002, Engineering and characterization of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials part i : Development and investigation of surface treatments. *Composites, Part A : Applied Science and Manufacturing*, 33 :1083–1093.

[ZAF07]Zafeiropoulos, N.E., Baillie, C.A. 2007. A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics *Composites: Part A*; 38: 629–638

[ZUG01] Zugenmaier P. 2001.*Prog.Polym. Sci.*, 26, 1341-1417.

Les paramètres de Weibull sont déterminés par la méthode du maximum des vraisemblances. Les tests d'adéquations de Kolmogorov sont utilisés pour vérifier l'adéquation des valeurs obtenues avec l'une des distributions de Weibull unimodal (2 ou 3 paramètres) ou bimodal.

A.1 Méthode du maximum de vraisemblance

L'une des principales méthodes utilisées pour l'estimation des paramètres d'une densité de probabilité est la méthode du maximum de vraisemblance. L'idée qui sous-entend cette méthode est de déterminer les paramètres qui maximisent la vraisemblance de l'échantillon de données. D'un point de vue statistique, cette méthode est choisie pour sa robustesse (avec quelques exceptions) car elle fournit des estimateurs de paramètres avec de meilleures caractéristiques statistiques. De plus, elle s'applique à de nombreux modèles mathématiques et divers types de données, et permet de déterminer efficacement l'incertitude sur les paramètres (intervalle de confiance). Cependant, quoique sa méthodologie paraisse simple, son implémentation serait fastidieuse sans l'aide de codes et ordinateurs modernes.

Le principe de la méthode est de maximiser la fonction de la densité de probabilité pour une fonction de densité de probabilité $f(x, a, b)$, a et b sont des paramètres de distribution et x la variable.

La fonction de probabilité est définie par :

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

L'idée est d'estimer, les paramètres a et b qui maximisent la fonction L . Il est plus commode de travailler avec le logarithme de la fonction Pour la fonction de densité de probabilité de Weibull (cas général) nous avons

$$\ln(LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b)) = \ln\left(\prod_{i=1}^n f(x_i, a, b)\right) = \ln\left(\prod_{i=1}^n (abx_i^{b-1}e^{-ax_i^b})\right) \quad (\text{A.2})$$

L'analyse algébrique de l'équation (A.2) permet d'écrire:

$$\ln(LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b)) = n\ln(a) + n\ln(b) + \sum_{i=1}^n (b-1)\ln(x_i) - \sum_{i=1}^n ax_i^b \quad (\text{A.3})$$

Après la différenciation de LH on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial b} LH &= \frac{n}{b} + \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \sum_{i=1}^n ab\ln(x_i)x_i^b \\ \frac{\partial}{\partial b} LH &= \frac{n}{b} - \sum_{i=1}^n x_i^b \end{aligned} \quad (\text{A.4})$$

Les maxima de LH sont obtenus lorsque (A.3) et (A.4) soient nulles donc (a, b sont des maximum). Il s'ensuit qu'on peut dériver les équations suivantes:

$$\frac{n}{b} + \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \frac{n \sum_{i=1}^n \ln(x_i)x_i^b}{\sum_{i=1}^n x_i^b} = 0 \quad (\text{A.5})$$

$$a = \frac{n}{\sum_{i=1}^n x_i^b} \quad (\text{A.6})$$

Après résolution de l'équation (A.5) par des méthodes numériques et la substitution dans l'équation (A.6) le deuxième paramètre a est obtenu

A.2 Test d'ajustement de Kolmogorov-Smirnov

Le test d'ajustement de Kolmogorov-Smirnov est un test non paramétrique qui permet de tester l'hypothèse H_0 selon laquelle les données observées sont engendrées par une loi de probabilité théorique considérée comme étant un modèle convenable.

Mais contrairement au test Khi-deux, la loi théorique doit ici être continue et entièrement spécifiée, sans paramètre inconnu.

Dans ce test, les calculs sur les lois de probabilité se font sur les fonctions de répartition :

- On mesure l'écart entre la fonction de répartition théorique et la fonction de répartition observée.

- On considère ainsi une variable aléatoire X de fonction de répartition F , que l'on veut comparer à une fonction de répartition théorique F_0 continue.

- On souhaite tester :

- l'hypothèse $H_0 : F = F_0$, contre : -l'hypothèse $H_1 : F \neq F_0$.

Si (X_1, \dots, X_n) est un n -échantillon de X , la fonction de répartition empirique associée à cet échantillon est :

$$F_n(x) = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^{k=n} 1_{]-\infty, x]}(X_k)$$

$F_n(x)$ est la proportion des observations dont la valeur est inférieure ou égale à x .

L'écart entre les valeurs observées et les valeurs théoriques du modèle déduites de la fonction de répartition F_0 peut donc être mesuré par la variable aléatoire :

$$\Delta_n = \sup_{x \in \mathbb{R}} |F_n(x) - F_0(x)|$$

qui sera la variable de décision, ou fonction discriminante, du test.

En posant $U_n = \sqrt{n} * \Delta_n$, on démontre que lorsque H_0 n'est pas vraie, U_n tend vers $+\infty$, et, lorsque H_0 est vraie, U_n suit asymptotiquement une loi sur \mathbb{R}^+ définie par sa fonction de répartition

$$K(y) = \sum_{n=-\infty}^{n=+\infty} e^{-2n^2 y^2}$$

La région critique du test est donc constituée des grandes valeurs de Δ_n . Le niveau α étant donné, on peut définir la valeur critique de deux façons :

- La loi de Δ_n étant tabulée, le fractile $c_n(1 - \alpha)$ d'ordre $1 - \alpha$ de cette loi, fournit un test exact de niveau α en rejetant l'hypothèse H_0 si la valeur observée δ_n de Δ_n dépasse $c_n(1 - \alpha)$, et en l'acceptant dans le cas contraire.

Ce test est donc valable pour toute taille n de l'échantillon.

- La loi limite étant tabulée, le fractile $c(1 - \alpha)$ d'ordre $1 - \alpha$ de cette loi, fournit un test asymptotique de niveau α en rejetant l'hypothèse H_0 si la valeur observée δ_n de Δ_n dépasse $c(1 - \alpha)$, et en l'acceptant dans le cas contraire.

La convergence vers la loi limite étant assez rapide, ce test est largement acceptable pour $n > 100$

Résumé

Ce mémoire de thèse a pour objectif de contribuer, à différentes échelles, à la caractérisation d'un matériau composite stratifié en polyester renforcé par des fibres de différente nature.

Trois types de fibres sont analysés : le Diss (Amplemosdesmos), le jute et le verre. Les fibres de Diss font ici l'objet de travaux particuliers compte tenu de leur disponibilité et dans le but de les développer .

La caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres Diss sont décrites. Un traitement de surface en l'occurrence le traitement alcalin (NaOH) est réalisé pour améliorer les propriétés mécaniques. Les fibres utilisées ont exhibées une forte dispersion en termes de résistance ultime. Une étude statistique utilisant la loi de Weibull est jugé nécessaire. En effet, les résultats des paramètres de forme et d'échelle d'une loi de distribution de Weibull à deux, trois paramètres et bimodale sont discutés et interprétés en relation avec la bibliographie .

Les performances des matériaux composites élaborés renfort Jute tissu et Diss mat sont décrites en terme de résistance à la traction et flexion ainsi qu'à la tenue en fatigue par chocs répétés .Une étude comparative est réalisée entre les composites élaborés pour mettre en évidence l'intérêt des fibres végétales de Diss dans les matériaux composites.

MOTS CLÉS : Matériaux Composite ; Fibre Diss ; Fatigue par chocs répétés ; Traitement alcalin.

Abstract

This thesis aims to Contribute at different scales, the characterization of laminated composite reinforced polyester fibers of a different kind.

Three types of fibers are analyzed: Diss (Amplemosdesmos) , jute and glass. Fibers Diss are here subject to specific work due to their availability and in order to develop them.

The morphological, physico- chemical and mechanical Diss fibers are described. The surface treatment in this case the alkaline treatment (NaOH) is formed to improve the mechanical properties.

The fibers used have exhibited a strong dispersion in terms of ultimate strength. A statistical study using the Weibull distribution is deemed necessary. Indeed, the results of the shape parameters and scale of a law of Weibull distribution with two, three and bimodal parameters are discussed and interpreted in accordance with the bibliography .

Performance composite materials developed fabric jute, glass and mat Diss / polyester are described in terms of tensile strength and bending as well as the fatigue by repeated shocks.

A comparative study is made between the three composites to highlight the interest of plant fibers in composites Diss.

KEY WORDS: Composite Materials, Fiber Diss; alkaline treatment; Fatigue by repeated shocks.

ملخص

هذه الأطروحة هدفها المساهمة على مستويات مختلفة ، لتمييز المواد المركبة المصنوعة البوليستير المدعمة بأنواع مختلفة من الألياف. ثلاثة أنواع من الألياف تمت تحليلها : الديات الجوت والزجاج. ألياف الديات هنا خضعت الى دراسة خاصة لكونها متوفرة وسعياً لتنميتها. خصائص ألياف الديات المورفولوجيا ، الفيزيائية، الكيميائية والميكانيكية تم وصفها. و لتحسين خصائصها الميكانيكية تمت معالجتها بمعالج قلوي هيدروكسيد الصوديوم (NaOH). لقد أظهرت الألياف المستخدمة تشتت كبير في نتائج مقاومتها للتمدد و لهذا دراسة إحصائية باستخدام قوانين Weibull تعتبر لازمة. نتائج معامل الشكلي و السلمي لقوانين Weibull توزيع اثنين ، ثلاثة و ذات النسقين تمت مناقشتها وتفسيرها وفقاً للمراجع.

خصائص المواد المركبة مصنوعة النسيج الجوت والزجاج و حصيرة الديات / البوليستير من حيث قوة الشد و الانحناء وكذلك الكلال بالصدمات المتكررة تمت دراستها و وصفها. و لقد تمت المقارنة بين هذه المواد المركبة لإظهار فوائد الألياف النباتية.

مفتاح الكلمات: المواد المركبة، ألياف الديات، المعالجة القلوية، الكلال بالصدمات المتكررة