

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI BEL ABBES



FACULTE DE TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE

Pour

L'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Science des matériaux

Présentée Par :

BOUKHOULDA Abdelaziz

Etude numérique et expérimentale du procédé
d'usinage des matériaux composites à base de
fibres végétales-Application à la fibre d'alfa
(Stippa-tenacissima)

Soutenue le 02/07/2017

Devant la commission d'examen :

➤ MEGUENI Abdelkader	Professeur, UDL – SBA -	Président
➤ BOUKHOULDA Farouk Benallel	Professeur, UDL – SBA -	Directeur de thèse
➤ NOUARI Mohammed	Professeur, Univ. de Lorraine (France)	Co-directeur de thèse
➤ ELAJRAMI, Mohamed	Professeur, UDL – SBA -	Examineur
➤ ZIADI Abdelkader	Professeur, C.U. AIN TEMOUCHENT	Examineur
➤ OUDAD Wahid	Docteur (MCA), C.U. AIN TEMOUCHENT	Examineur

2016-2017

Remerciements

Cette thèse présente les résultats des recherches réalisées durant la période s'étalant de septembre 2012 à juin 2017 au sein du Laboratoire de Mécanique des Structures et des Solides (LMSS) de l'Université Djilali Liabes (UDL) et au laboratoire (LEMTA) de l'Institut Supérieur d'Ingénierie de Conception (InSIC) université de Lorraine-France.

Au terme de ce travail, c'est avec émotion que je tiens à remercier tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce projet. Mes remerciements les plus sincères au Professeur Boukhoulda Farouk Benallel, directeur de recherche, qui m'a aidé et encouragé tout au long de ce projet (Hamdoullah), sans lui la réalisation de cette thèse aurait été impossible. Ainsi que pour avoir proposé des voies de recherche intéressantes dans ce travail de thèse.

Je tiens à remercier également le Professeur Nouari Mohammed co-directeur de thèse pour son chaleureux accueil dans le laboratoire et son accompagnement, encouragement et pour m'avoir donné les moyens de travailler dans de bonnes conditions. Ces conseils m'ont été très utiles pour enrichir mon expérience en recherche. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier également le Dr. Hamid Makich, Maître de conférences à l'INSIC, pour son aide à l'élaboration et l'usinage des matériaux composites ainsi que pour ses encouragements. Je tiens aussi à adresser mes remerciements au Dr. Badis Haddag, Maître de conférence à l'INSIC de ses corrections et ses conseils dans "l'organisation de l'article et la thèse" et pour les nombreuses et fructueuses discussions sur l'ensemble de mes recherches.

Je remercie vivement les Professeurs MEGUENI A, Elajrami M, Ziadi A, et le Docteur OUDAD W, pour l'honneur qu'ils m'ont accordé en acceptant de juger mon travail.

Je remercie mes amis et mes collègues du laboratoire LMSS et particulièrement BENDINE K, ZOUGGAR K, ELHANNANI A.

Un merci tout particulier à l'équipe de l'Institut de l'INSIC : Samir, Issam, Mohammed, Nawel, Soufiane et Dominique pour l'encouragement et leur bonne humeur et toute l'équipe administrative.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent à ma famille de m'avoir soutenu et supporté durant ces années et en particulier mes parents, mes frères, mes sœurs et ma fiancée et tous les autres qui se reconnaîtront et qui ont su me soutenir pendant les moments difficiles que j'ai pu avoir et me faire profiter de leur bonne humeur.

SOMMAIRE

LISTE DES FIGURES	1
LISTE DES TABLEAUX.....	2
NOMENCLATURES	3
INTRODUCTION GENERALE	4
PARTIE 1 :	8
CHAPITRE I : LES FIBRES NATURELLES	8
I.1. INTRODUCTION.....	9
I.2. MATIERE TEXTILE.....	9
I.2.1. FIBRES CHIMIQUES.....	10
I.2.2. FIBRES NATURELLES.....	12
I.2.3. FIBRES VEGETALES UTILISEES COMME RENFORT DANS LES MATERIAUX COMPOSITES	14
I.2.4. STRUCTURES PHYSIQUES DES FIBRES NATURELLES	20
I.2.5. COMPOSITION CHIMIQUE DES FIBRES	21
I.3. METHODES D'EXTRACTION DES FIBRES NATURELLES	27
I.3.1. METHODES NATURELLES	27
I.3.2. METHODES PHYSIQUES	30
I.3.3. METHODES CHIMIQUES	31
I.4. CONCLUSION DU CHAPITRE I	32
CHAPITRE II : EXTRACTION ET CARACTERISATION DES FIBRES D'ALFA.	33
II.1. INTRODUCTION.....	34
II.2. PREPARATION DES FEUILLES D'ALFA.....	34
II.2.1. RECOLTE DE LA PLANTE D'ALFA.....	35
II.2.2. SELECTION ET DECOUPAGE DES FEUILLES D'ALFA.....	36
II.2.3. OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES SUR FEUILLES D'ALFA A L'ETAT BRUT	37
II.3. PROTOCOLES D'EXTRACTION	39
II.3.1. METHODES D'EXTRACTION NATURELLES.....	39
II.3.2. EXTRACTION MECANIQUE	42
II.3.3. TRAITEMENT CHIMIQUE A LA SOUDE DE NaOH (HYDROXYDE DE SODIUM)	46
II.4. CARACTERISATION MORPHOLOGIQUE ET MECANIQUE DES FIBRES	49
II.4.1. ETUDE DE LA MORPHOLOGIE DES FIBRES.....	49
II.4.2. PROPRIETES MECANQUES DES FIBRES EN TRACTION.....	53

II.5.	CONCLUSION DE LA PREMIERE PARTIE.....	61
	PARTIE 2.....	63
	CHAPITRE III : LES MATERIAUX COMPOSITES.....	63
III.1.	INTRODUCTION.....	64
III.2.	LES CONSTITUANTS DES MATERIAUX COMPOSITES	64
III.2.1.	LES DIVERS TYPES DE RESINES	65
III.2.2.	LES ADDITIFS	66
III.2.3.	LES RENFORTS	67
III.2.4.	METHODES DE FABRICATION DES COMPOSITES	69
III.2.5.	QUELQUES PROPRIETES DES COMPOSITES UNIDIRECTIONNELS	73
III.3.	USINAGE DES MATERIAUX COMPOSITES.....	79
III.3.1.	FRAISAGE ET TAILLAGE.....	80
III.3.2.	PERÇAGE.....	83
III.3.3.	FORMATION DES COUPEAUX.....	85
III.4.	CONCLUSION DU CHAPITRE.....	88
	CHAPITRE IV : ELABORATION, CARACTERISATION ET USINAGE DU BIO- COMPOSITE A BASE DE FIBRES D’ALFA	89
IV.1.	INTRODUCTION.....	90
IV.2.	PROCEDURE EXPERIMENTALE	91
IV.2.1.	PREPARATION DES TISSUS UNIDIRECTIONNELS DE FIBRES D’ALFA	91
IV.2.2.	PROCEDE DE FABRICATION DES BIO-COMPOSITES.....	91
IV.2.3.	CARACTERISATION MECANIQUE DES BIO-COMPOSITES.....	95
IV.2.4.	USINAGE DES MATERIAUX BIO-COMPOSITES	98
IV.3.	CONCLUSION DU CHAPITRE IV.....	117
	CONCLUSION GENERALE.....	119
	REFERENCES	120

List des figures

Figure. 1. Classification générale des fibres textiles.....	10
Figure. 2. Principales classification des fibres végétales.	16
Figure. 3. Disposition des fibres sur la tige du lin.	17
Figure. 4. (a) Représentation schématique de la paroi végétale et ses couches, (b) Représentation schématique des différentes sous-couches constituant la paroi végétale.	21
Figure. 5. Structure du monomère de la molécule de cellulose.	23
Figure. 6. Les caractéristiques essentielles de la molécule de cellulose: (a) la chaîne; (b) la réticulation par des liaisons hydrogène; (c) représentation schématique d'un cristal.	24
Figure. 7. Représentation schématique de la molécule de l'hémicellulose.	25
Figure. 8. Structure d'une chaîne d'acide uronique.	25
Figure. 9. Motifs élémentaires de la lignine.	26
Figure. 10. La plante d'Alfa.	35
Figure. 11. (a) Principales parties de la feuille d'Alfa, (b) les feuilles d'Alfa après nettoyage.....	36
Figure. 12. Coupe transversale et longitudinale sur la feuille d'Alfa.	37
Figure. 13. Observation microscopique sur une fibre.	38
Figure. 14. (a) Les feuilles après rouissage, (b) Les fibres après extraction.	41
Figure. 15. (a) Principe du teillage manuel, (b) tailleur utilisée sur les feuilles rouies.....	43
Figure. 16. Laminage (a) Principe du laminage, (b) le laminoir, (c) Feuilles d'Alfa après le laminage...	44
Figure. 17. Observations microscopique : (a) observation avec microscope optique sur la feuille, (b) observation avec le MEB sur la feuille, (c) observation avec microscope optique sur la feuille après laminage, (d) observation avec le MEB sur la feuille après laminage.....	45
Figure. 18. Schéma du peigne : (a) peigne à denture écarté, (b) peigne à denture fin.	46
Figure. 19. Schéma principale du traitement alcalin.	48
Figure. 20. Fibres extraites à la soude de NaOH (chimiquement).	49
Figure. 21. Observation par MEB de (a) rouissage à l'eau distillé, (b) rouissage à l'eau sale, (c) fibres R1 à 3% NaOH, (d) fibres R3 à 9% NaOH, (e) fibres R1 à 9% NaOH, (f) fibres R3 à 9% NaOH, (g) fibres R1 à 10% NaOH, (h) fibres R3 à 10% NaOH, (i) fibres R1 à 11% NaOH, (j) fibres R3 à 11% NaOH, (k) fibres R1 à 14% NaOH, (l) fibres R3 à 14% NaOH.	53
Figure. 22. Préparation de l'échantillon.	54
Figure. 23. Mesure de diamètre de fibre.	55
Figure. 24. (a) Installation de l'échantillon, (b) Coupe du papier, (c) Rupture des échantillons après l'essai de traction.	57
Figure. 25. Essais de traction des fibres rouies à l'eau salée.	58
Figure. 26. Courbe de traction.	59
Figure. 27. Contrainte à la rupture en fonction de l'allongement.	60
Figure. 29. Schéma des différentes formes de fibres de renforcements dans les composites.....	62
Figure. 30. Schéma du moulage par compression.	68
Figure. 31. Schéma du moulage par transfert de résine.	70
Figure. 32. Schéma du processus manuel.	72
Figure. 33. Réponse élastique du pli dans les modèles parallèle et série.	73
Figure. 34. Types d'opérations d'usinage de contour.	80
Figure. 35. Fraiseuse à commande numérique (CNC).	81
Figure. 36. Illustration de l'usinage : (a) Fraisage en opposition, (b) Fraisage en aval.....	81
Figure. 37. Géométrie de coupe en fraisage (en opposition).	82
Figure. 38. Géométrie de l'outil de perçage.	84
Figure. 39. Orientation des fibres par rapport à la direction d'avance de l'outil.....	86
Figure. 40. Mécanismes de coupe dans l'usinage orthogonale.	87
Figure. 41. Tissus unidirectionnels élaborés : (a) Mat unidirectionnel de fibres extraites par le processus naturel, (b) Mat unidirectionnel de fibres extraites par le processus chimique.....	91
Figure. 42. Elaboration du composite : (a) Fixation du tissu sur le moule, (b) Illustration du processus manuel.	94
Figure. 43. Découpage des éprouvettes de traction.	95
Figure. 44. Test de traction sur une éprouvette bio-composite.	96

Figure. 45. Histogramme : (a) Contraintes à la rupture, (b) Modules de Young.....	97
Figure. 46. Le montage sur la machine d'usinage.	99
Figure. 47. Schéma générale de la table KISTLER.	100
Figure. 48. Outils de coupe fraise à trois dentures (8mm).	101
Figure. 49. Schéma de l'usinage.	101
Figure. 50. Schématisation de l'effet d'angle de l'hélice sur les composants de la force de coupe dans le plan (Y, Z).	102
Figure. 51. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction parallèle aux fibres pour le bio-composite N°1.	104
Figure. 52. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction perpendiculaire aux fibres pour le bio-composite N°01.	105
Figure. 53. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction parallèle aux fibres pour le bio-composite N°02.	107
Figure. 54. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction perpendiculaire aux fibres pour le bio-composite N°02.	108
Figure. 55. Efforts de coupe dans la direction parallèle aux fibres des deux bio-composites.....	109
Figure. 56. Efforts de coupe dans la direction parallèle aux fibres.	110
Figure. 57. Outils de coupe : foret à deux dents.	111
Figure. 58. Moments de coupe pour les trois vitesses de rotation ($N_1=1886\text{tr/min}$, $N_2=3086\text{tr/min}$, $N_3=5966\text{tr/min}$) dans le cas du perçage du bio-composite N°1.	113
Figure. 59. Moments de coupe pour les trois vitesses de rotation ($N_1=1886\text{tr/min}$, $N_2=3086\text{tr/min}$, $N_3=5966\text{tr/min}$) dans le cas du perçage du bio-composite N°2.	114
Figure. 60. Moments de coupe pour le bio-composite N°1 à la vitesse de rotation $N_2=3086\text{tours/min}$ et le composite N°2 à la vitesse de rotation $N_3=5966\text{tours/min}$	115
Figure. 61. Observations microscopique sur les trous.	116
Figure. 62. Observations microscopique sur les trous.	117

List des tableaux

Tableau 1 : Constituants des fibres synthétiques.	11
Tableau 2 : Principales sources des fibres commercialisées.	15
Tableau 3 : Composition chimique des fibres d'alfa.	20
Tableau 4 : Composants chimiques de certaines fibres végétales, natures et fonctions.....	22
Tableau 5 : Nomenclature des résultats.	49
Tableau 6 : Diamètres moyens des fibres.	55
Tableau 7 : Valeurs des propriétés mécaniques en traction.	60
Tableau 8 : Comparaison des propriétés mécanique de différentes fibres naturelles.....	61
Tableau 9 : Propriétés mécanique des résines.	93
Tableau 10 : Comparaison des propriétés mécanique des bio-composites.....	98
Tableau 11 : Les conditions d'usinage par fraisage.	103
Tableau 12 : Efforts de coupe de fraisage (bio-composite N°1).	106
Tableau 13 : Efforts de coupe de fraisage (bio-composite N°2).	109
Tableau 14 : Paramètres de perçage.	112

Nomenclatures

Φ	L'angle des micro-fibrillaire.
P_f	La masse des fibres.
P_m	La masse de la matrice.
P_c	La masse du matériau composite.
V_m	Le volume de la matrice
V_f	Le volume de fibres
V_c	Le volume du matériau composite
F_{mm}	La fraction massique de la matrice.
F_{mf}	La fraction massique des fibres.
F_{vm}	La fraction volumique de la matrice.
F_{vf}	La fraction massique des fibres.
ρ_c	La masse volumique du matériau composite
ρ_f	La masse volumique de fibres.
ρ_m	La masse volumique de la matrice.
W_f	Le poids des fibres.
W_m	Le poids de la matrice.
W_c	Le poids du matériau composite.
E_1	Modules d'Young dans la direction 1.
C_1	La souplesse dans la direction 1.
E_2	Modules d'Young transversal.
β	Le coefficient d'efficacité de renforcement.
a_e	Profondeur de coupe.
ω_f	La vitesse d'avance.
x	L'avance par tour.
N	La vitesse de rotation.
a_f	L'avance par dent.
T	Le nombre d'arêtes de coupe sur la tête.
L_c	La longueur de l'engagement du bord de coupe.
D	Le diamètre de l'outil.
K	Le demi-angle de pointe.
Z_W	Le taux d'enlèvement de matière.
L_h	L'épaisseur de la pièce.
Le	La distance supplémentaire pour dégager le cône de l'outil.
t_m	Le temps de perçage.
α_0	L'angle de l'arête de coupe.
Θ	L'angle de l'orientation des fibres.
σ	La contrainte nominale.
F	La force de traction.
A_0	La surface initiale de l'éprouvette.
ε	La déformation.
L_0	La longueur initiale.
L	La longueur finale à la rupture.
ΔL	La différence entre la longueur finale à la rupture et la longueur initiale.
$\%el$	Le pourcentage de l'allongement.
E	Le module de Young.
F_x, F_y, F_z	Les efforts de coupe enregistrés sur les trois axes (X, Y et Z).
M_z	Le moment de coupe.

Introduction générale

Contexte

L'utilisation des fibres naturelles à partir d'une vaste gamme végétale et animale pour les productions textiles a largement augmenté durant ces dernières années. Récemment, l'utilisation de ces fibres naturelles a trouvé sa place dans le domaine technique en substitution aux fibres synthétiques. Cela est dû aux bonnes caractéristiques mécaniques, le cout faible et la biodégradabilité. Dans le domaine de construction, certain matériau à base des fibres végétales (bois, chanvre, lin) sont déjà commercialisé en remplaçant les fibres de verre [1]

Pour des raisons environnementales, il est devenu très important de recycler les matériaux, mais aussi de préserver l'environnement. L'utilisation des matériaux bio-composites respectant l'environnement se veut croissante dans divers secteurs industriels. Pour cela, différentes sortes de fibres naturelles ont été étudiées pour une éventuelle utilisation comme matières premières potentielles servant de renforts pour matériaux bio-composites. Parmi les applications possibles des matériaux à base de fibres naturelles, on cite par exemple le revêtement de surface dans le domaine du bâtiment, la fabrication des prothèses biomédicales et l'habillage de l'intérieure des moyens de transport. Concernant ce dernier, l'utilisation des fibres naturelles dans le secteur de l'automobile en Europe a été estimée à 100.000 tonnes en 2010 [2]. Le lin, le chanvre voir même le sisal ont été déjà incorporés dans les tablettes arrières, les accoudoirs et les dossiers de sièges [2]. Nous assistons depuis quelques années à la croissance de la production de ces fibres naturelles pour répondre à la demande des industriels qui ne cesse d'augmenter [3].

Dans le présent travail, les fibres végétales extraites de la plante d'Alfa «Stippa-Tenassicema» seront étudiées pour les valoriser dans la perspective de les utiliser dans les domaines techniques.

Objectifs visés

L'objectif principal de cette thèse est de concevoir un bio-composite à base des fibres extraites de la plante d'Alfa, le caractériser et étudier son usinabilité.

Afin d'atteindre cet objectif, les procédures spécifiques suivantes sont effectuées :

- Développement des méthodes d'extraction des fibres d'Alfa afin d'optimiser les traitements et d'augmenter leurs propriétés mécaniques.
- Caractérisations morphologiques des fibres pour identifier les états des surfaces.

- L'élaboration et la caractérisation du matériau bio-composite à base des fibres d'Alfa.
- Optimisation des paramètres d'usinage en fraisage et en perçage.

Structure de la thèse

Le document de thèse est constitué de deux parties. La première partie est dédiée à l'étude des fibres d'Alfa. Elle contient deux chapitres. Le premier s'attache à rassembler les principales variétés des fibres textiles très riches en matières fibreuses, leurs origines naturelles et leurs catégories qui seront nécessaire à la compréhension de la structure physique et chimique. Des exemples d'applications y sont présentés.

Le deuxième chapitre expérimental est consacré au développement des méthodes d'extraction des fibres d'Alfa. Ces fibres sont ensuite caractérisées morphologiquement en utilisant des microscopes (optique et microscope électronique à balayage). C'est une technique très répondue pour mener une investigation concernant l'état de surface (rugosité et porosité). Une deuxième caractérisation mécanique a été faite afin d'être en mesure d'exploiter les meilleures fibres et leurs potentiels les plus élevés. Il s'agit de l'étude de l'effet du traitement sur les propriétés mécanique en traction des fibres d'Alfa.

La deuxième partie du manuscrit est constituée du troisième et quatrième chapitre. Elle dédiée à l'étude des matériaux bio-composites élaborés. Ainsi, le troisième chapitre détaille les principaux matériaux utilisés dans la fabrication des composites, les méthodes adaptées pour l'élaboration des bio-composites, les méthodes de calcul des propriétés à partir des propriétés des constituants, les méthodes de caractérisation mécanique et les paramètres d'usinage des composites.

Le quatrième chapitre montre les procédures expérimentales d'élaboration, de caractérisation en traction et d'usinage des bio-composites à base de fibres d'Alfa. Des investigations à l'échelle microscopique seront réalisées pour analyser les états de surfaces usinées.

Chaque chapitre se termine par une conclusion construite à partir des résultats obtenus.

Partie 1 :

Chapitre I : Les fibres naturelles

I.1. Introduction

Durant ces dernières années, différentes sortes de fibres naturelles ont été étudiées pour une éventuelle utilisation comme matières premières potentielles servant de renforts pour matériaux composites. On cite par exemple :

- Les parties «ficelles» des plantes comme la plante de coton, sisal et jute, ...
- Les poils d'animaux tels que la laine des moutons,...
- Les filaments délicats formés par les insectes et autres créatures tels que le cocon du ver à soie des chenilles et les toiles d'araignée,...

Selon leurs disponibilités dans la nature et leurs propriétés de base (formes, finesses, souplesses et résistances), des fils et des tissus de différentes qualités et propriétés sont fabriqués.

Il a été noté que les fibres naturelles varient considérablement et par conséquent les types de tissus qu'ils fournissent sont d'autant plus diversifiés.

Dans le présent travail, seules les fibres végétales, et plus particulièrement la fibre d'alfa « *Stippa Tenassicema* » seront étudiées. Ces fibres végétales sont toutes constituées à base de cellulose. La cellulose est une substance apparentée à de l'amidon et des sucres dans laquelle la plante accumule l'eau et le gaz de dioxyde de carbone absorbé par ses feuilles. Les ressources mondiales en fibres de cellulose sont pratiquement inépuisables. Mais une faible proportion d'entre elles (comme le coton) est utilisée directement en tant que fibres pour textiles. Dans les autres cas, les brins de fibre de cellulose dans les plantes sont associés à des quantités variables d'autres substances naturelles telles que la lignine, les hémicelluloses, les pectines, les cires et des gommes ce qui empêche leurs utilisations directes et impose des traitements préalables. La quantité de ces substances associées et la facilité avec laquelle la fibre de cellulose peut être séparée sont les facteurs les plus importants pour déterminer leur utilité et emploi.

I.2. Matière textile

Les différentes variétés des fibres textiles, très riche en matières fibreuses, sont d'origine naturelle ou chimique. C'est deux bases peuvent être subdivisées en sous-catégorie comme le montre la Figure 1 ci-dessous.

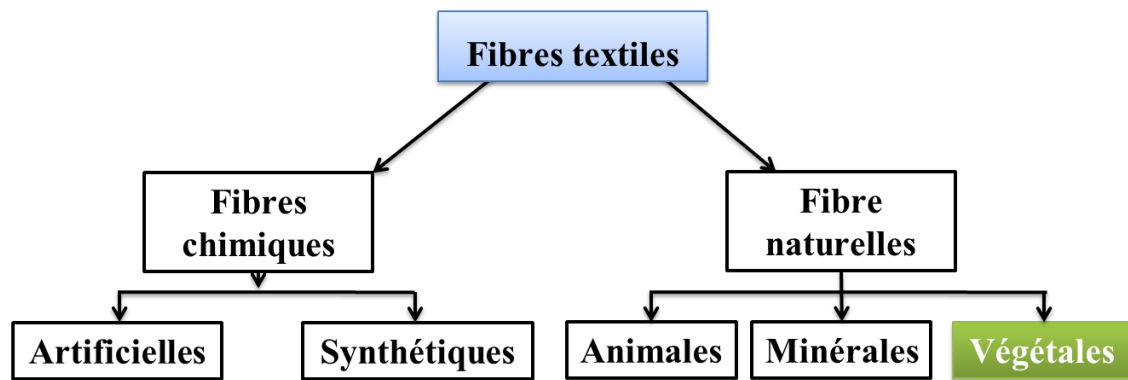


Figure. 1. Classification générale des fibres textiles.

Les fibres naturelles sont soit végétales, animales ou minérales. Par contre les fibres chimiques sont soit synthétiques ou artificielles. Cette partie a pour but de donner des connaissances approfondies sur les fibres en générale et leurs domaine utilisations, les renseignements sont abordés ici sur les fibres choisies pour notre travail et permettant de mettre plus en ordre en valeur de ces matériaux.

I.2.1. Fibres chimiques

I.2.1.1. *Les fibres synthétiques*

Les fibres synthétiques utilisées pour la fabrication textile depuis les années 1950 sont à base polymériques. Selon le type, on trouve :

- Fibres en polyamides (nylon 6-6 et nylon-6),
- Fibres en polyesters (polyéthylènes, téréphtalate (PET)),
- Fibres acryliques (polyacrylonitrile acrylique (PAN))
- Fibres polyoléfine (Polyéthylène, polypropylène (PP), L'acide polylactique et vinylique monomères)

Ces fibres sont toutes des polymères linéaires. Structuralement, en plus de la base unité de répétition, il peut y avoir de petites proportions d'autres groupes, insérées au sein des chaînes, aux extrémités de la chaîne, ou comme les branches sur la chaîne, et ceci afin de modifier les propriétés de la fibre principalement l'aptitude de coloration (teinture). Ceci est particulièrement vrai pour les fibres acryliques, dans lesquelles le composant mineur peut atteindre 15%, qui sont habituellement un autre monomère vinylique avec un autre groupe

latéral —R. Les formules chimiques des chaînes de polymères sont données dans le Tableau 1 [4].

Type de Fibre	Formule chimique
Polyamide: nylon 6,6	$\text{—NH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{NH}\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CO}\text{—}$
nylon-6	$\text{—NH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CO}\text{—}$
Polyester: Polyéthylène	$\text{—O}\cdot\text{CO}\Leftrightarrow\text{CO}\cdot\text{O}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\text{—}$
Téréphtalate	
Acrylique: polyacrylonitrile	$\text{—CH}_2\cdot\text{CH}\text{—}$ C N
Polyoléfine: Polyéthylène	$\text{—CH}_2\text{—}$
Polypropylène	$\text{—CH}_2\text{—CH}\text{—}$ CH ₃
L'acide polylactique	$\text{—CO}\cdot\text{CH}(\text{CH}_3)\cdot\text{O}\text{—}$
Vinylque	$\text{—CH}_2\cdot\text{CH}\text{—}$
monomères	 R

Tableau 1 : Constituants des fibres synthétiques.

I.2.1.2. Les fibres artificielles

Une fibre textile artificielle est obtenue par un traitement chimique (dissolution puis précipitation) à partir de différentes matières naturelles [5] :

- Les protéines qui servent comme matière première pour la fabrication des fibres telles que les fibres de lait (caséine), les fibres de maïs (zéine) [6],
- La cellulose utilisée pour la fabrication de la Viscose, Lyocell, Modal, Acétate de cellulose [7],
- Le Latex produit par certaines plantes (telle que l'Hévéa) sert à la fabrication des fibres de Latex ou de caoutchouc [8].

Le but du traitement chimique est d'avoir une solution fiable quelle que soit la matière première utilisée, ceci afin de les filer à travers une filière de quelques micromètres de diamètre. Les

filaments ainsi obtenus sont réunis pour former le fil. Les fibres chimiques utilisées comme renforts pour les matériaux composites sont sous forme linéique (filament), tissées ou disposées aléatoirement (mats), et multidirectionnelles (tri-directionnel, tresse, etc.).

Une gamme variée de mats est disponible sur le marché. Elle dépend du domaine d'application et du coût. Par exemple dans le domaine nautique **les fibres de verre** prennent la première place due à leurs bonnes caractéristiques mécaniques. Les fibres de verre ont un excellent rapport performance-prix qui les placent de loin au premier rang des renforts utilisés actuellement dans la construction de structures composites. Par contre dans le domaine de l'aéronautique et de l'automobile de haute gamme, **les fibres de carbone** sont utilisées en raison des performances recherchées (légèreté et résistance). Les fibres de carbone sont élaborées à partir d'un polymère de base appelé précurseur et sont connues pour leurs propriétés mécaniques élevées. Le troisième type de fibres commercialisées est **la fibre aramide** [9].

D'autres matériaux sont recherchés et développés pour résister à des conditions extrêmes telles que les températures élevées entre 500°C et 2 000°C. Comme les matériaux composites de type céramiques sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions, ces matériaux sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Parmi les fibres céramiques utilisées, on trouve les fibres de carbure de silicium, les fibres de bore et les fibres de bore-carbure de silicium.

I.2.2. Fibres naturelles

Deux paramètres ont amené l'homme à s'orienter vers ce type de fibres écologiques et fonctionnelles :

1. La richesse en cellulose, polymère de glucose à très longue chaîne, structuré naturellement en micro-fibrilles.
2. Les ressources pétrolières sont de plus en plus rares et coûteuses.

I.2.2.1. Domaine d'application des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être utilisées soit à l'état brut (ce qui est rarissime : à l'exemple d'assurer l'étanchéité des tuyaux en utilisant le chanvre brut, ou comme matériau de remplissage pour les sièges d'ameublement ou on utilise les fibres de coco), ou après un traitement (naturel

ou chimique). Selon le type de traitement, les propriétés mécaniques et physiques des fibres seront distinctes [10]. Les divers traitements appliqués dépendent des domaines d'application.

On peut citer trois grandes applications pour les fibres naturelles :

- Textiles basés sur les fibres naturelles.
- Matériaux isolants fabriqués à partir de fibres naturelles.
- Composites renforcés de fibres naturelles.

A titre d'exemple, les fibres de kapok traitées servent à la fabrication de textiles techniques (gilets de sauvetage, emballage pour le transport, géotextile, matériaux de construction et renforts pour le ciment [10][11][12][13][14]). Par contre, les fibres d'Alfa traitées sont utilisées pour la production de la pâte à papier (la Tunisie produit et exporte plus de 40 000 tonne par an de la pâte à papier [15][16]).

I.2.2.2. Intérêt écologique

Les plantes garantissent l'élimination d'une quantité importante de carbone au cours de leurs vies et libèrent une grande quantité d'oxygène exactement comme les arbres. Par exemple, [17] ont révélés que le taux d'assimilation de CO₂ de jute est supérieur à celui des arbres. D'où leurs grands intérêts écologiques. Par conséquent l'utilisation des fibres végétales dans l'industrie est à encourager. En plus de cela, les matériaux conçus à base de fibres végétales sont réutilisables et biodégradables.

Certaines cultures de fibres naturelles ne sont pas très exigeantes en ce qui concerne le sol et les conditions climatiques, en particulier le **sisal** et l'**Alfa**. Ce sont des plantes bien adaptées aux conditions environnementales difficiles (zones aride ou semi-aride). Elles n'ont pas du tout besoin de pesticides [18].

En ce qui concerne la plante d'Alfa, objet de cette étude, elle présente aussi l'avantage de former une barrière naturelle contre le déplacement du sable et participe ainsi à la résistance à la désertification.

I.2.3. Fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux composites

L'utilisation de certains végétaux sous forme de fibres permet la fabrication de fils, ficelles et cordes. Ces derniers sont les matières premières pour la fabrication des tissus manufacturés pour les vêtements, le linge de maison, l'ameublement et la décoration (tissage à la main, tricotage et tissage à la machine).

Les fibres naturelles peuvent être extraites des fruits, de la tige ou de la feuille d'une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. Toutes les fibres naturelles sont biodégradables, cela veut dire que la nature peut les dégrader jusqu'à leurs composants de base sans l'intervention de l'homme. Elles sont utilisées surtout pour leurs avantages inégalés : leurs pouvoir d'isolation thermique, leurs caractéristiques mécaniques et physiques, aspects écologiques et leurs biodégradabilités [19].

Auparavant les fibres naturelles ont été dépassées par les fibres chimiques artificielles ou synthétiques due à leurs facilités de production et leurs prix moins chers avec des propriétés supérieures. Les tendances écologiques actuelles ont permis aux fibres biodégradables de gagner de l'ampleur au détriment de fibres artificielles.

L'une des caractéristiques des fibres naturelles est la variation des composés chimiques et les propriétés mécaniques dues principalement à l'existence de plusieurs espèces dans la même famille et de la région de provenance [20].

Les plantes qui produisent des fibres naturelles sont classées en fonction de leurs utilisations primaires ou secondaires. Les plantes primaires sont celles qui sont cultivées pour leur teneur en fibres tandis que les plantes secondaires sont des plantes dans lesquelles les fibres sont produites en tant que sous-produit. Le tableau 2 présente les principales fibres commercialisées dans le monde et utilisées dans la fabrication des matériaux composites [21].

Source de la fibre	Production mondiale (10 ³ tonnes)
Bambou	30.000
Jute	2300
Kenaf	970
Lin	830
Sisal	378
Chanvre	214
Coco (coir)	100
Ramie	100
Abaca	70

Tableau 2 : Principales sources des fibres commercialisées [21].

Les plantes de Jute, le chanvre, le kenaf et le sisal sont des exemples de plantes primaires. Les plantes de palme et de coco sont des exemples de plantes secondaires. On peut classer les fibres végétales en trois catégories (voir Figure. 2) [20] :

1. Les fibres extraites des feuilles exemple de l'Alfa, l'abaca et le sisal. Ces fibres sont généralement longues, les feuilles sont souvent très grandes. Elles sont utilisées comme matière première dans la production de cordes et de câbles, et sont utilisées aussi dans les applications textiles (fabrication des fils pour des tissus).
2. Les fibres obtenues des graines ou de fruits comme le coco, le coton et le Kapok. Ces fibres courtes et fines poussent sur des graines ou sur les fruits. L'exemple le plus connu c'est le coton qui est devenu la fibre naturelle la plus importante au monde.
3. Les fibres de tige ou fibres libériennes. Le Bambou, le Lin, le Jute, le Chanvre, la Kenaf et la Ramie. Ces fibres sont plus complexes et moins pures que les autres fibres. Elles se présentent sous forme de faisceaux de fibres ultimes liées entre-elles, formant une tige.

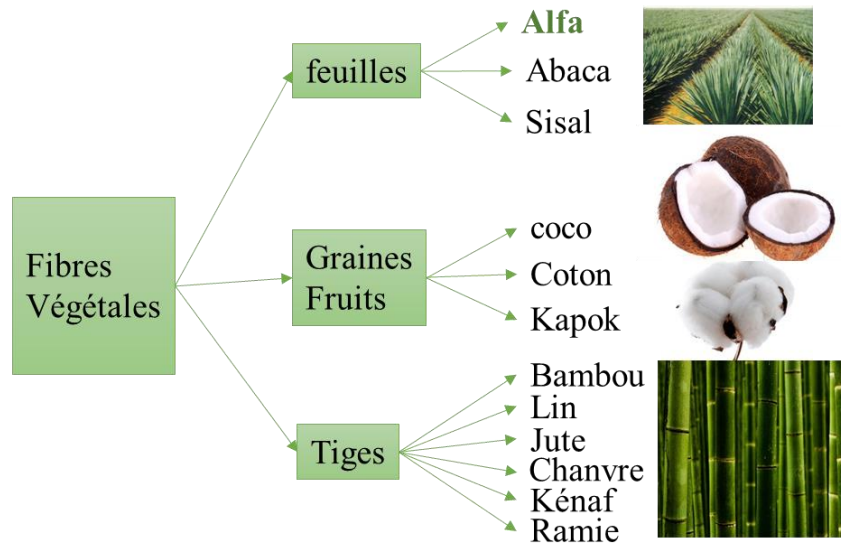


Figure. 2. Principales classification des fibres végétales.

I.2.3.1. Lin

Le lin était probablement la première fibre végétale utilisée par l'homme pour la fabrication de textiles, au moins dans l'hémisphère occidental. Des échantillons de lin ont été trouvés dans les habitations lacustres préhistoriques de la Suisse, et dans les tombes anciennes de l'Égypte. Selon [20], le filage et le tissage du lin étaient présents il y a des milliers d'années avancées.

Le lin dont le nom scientifique est « *Linum-usitatissimum* » appartient aux fibres libériennes. Il est cultivé dans les régions tempérées. La fibre de lin a plus forte valeur ajoutée, c'est la fibre la plus fréquemment utilisée dans les marchés du textile. De nos jours les fibres de lin sont largement utilisées dans le domaine de fabrication de composites.

Les scientifiques ont étudiés les propriétés mécaniques, statiques et dynamiques du composite à matrice PP renforcés avec des fibres de lin non tissé prenant en compte la tenue de l'effet de l'agent de couplage de zéine [22].

Les propriétés mécaniques en traction des fibres de lin sont estimées en fonction de leur diamètre et de leur localisation dans les tiges (voir Figure. 3). Une large dispersion des propriétés mécaniques a été observée [23]. Cette dernière est attribuée à la variation de la taille des fibres le long de leur axe longitudinal. Les valeurs les plus élevées des propriétés

mécaniques des fibres sont issues du milieu de la tige et sont associées à la composition chimique de leurs parois cellulaires.

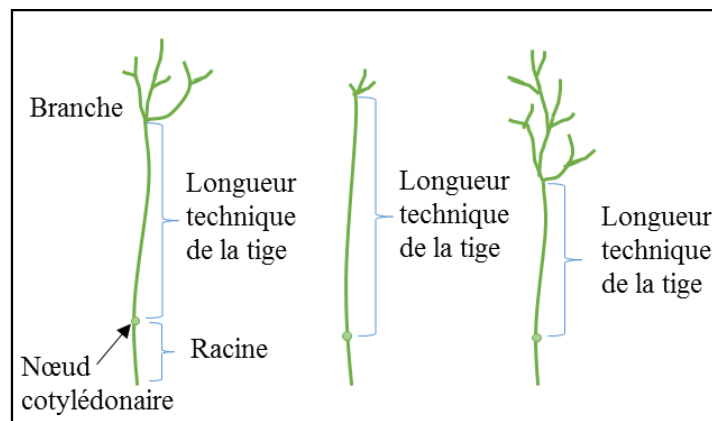


Figure. 3. Disposition des fibres sur la tige du lin.

I.2.3.2. Chanvre

Une autre culture notable de fibres libériennes est le chanvre. Celui-ci appartient à la famille de cannabis. C'est une plante annuelle qui pousse dans les climats tempérés. A titre d'exemple, et pour montrer l'importance de cette plante, le chanvre fait actuellement l'objet d'une subvention de l'union européenne pour l'agriculture non alimentaire. C'est une initiative considérable actuellement en cours pour la poursuite de son développement en Europe. Les fibres de chanvre font partie des fibres les plus longues et les plus résistantes du monde végétal. L'utilisation des fibres du chanvre dans le domaine textile trouve un succès notable. Dans le domaine des matériaux composites, certains chercheurs [24] ont étudié la compatibilité des matrices PP renforcées avec des fibres de chanvre. Ils ont démontré qu'un composite à base des fibres de chanvres et de matrice PP donne une meilleure dispersion des fibres et une adhérence interfaciale élevée grâce à une liaison chimique entre la fibre et le polymère (PP / fibres de chanvre). D'autres travaux [25] se sont intéressés à la modification des fibres et de la matrice, ainsi que l'addition de divers agents de compatibilité pour améliorer les interactions fibre-matrice par rapport au système non modifié. Cependant, la stabilité thermique des matériaux composites a été largement affectée par la modification de la fibre et de la matrice.

D'autres travaux scientifiques ont étudié des matériaux composites à base de résine époxy renforcée avec des fibres de chanvre. Une des études a été consacrée à l'analyse de l'effet de l'architecture des fibres sur les propriétés d'impact (résistance aux chocs) [26]. D'autre études

se sont intéressées aux performances des composites élaborés sous forme de tuyaux courbés [27], ainsi que les performances du composite sous l'effet de la charge durant le moulage par la méthode de transfert de résine [28] [29]. Il est également possible de concevoir des bio-composites renforcés avec des fibres brutes non-rouies directement [30].

I.2.3.3. Sisal

Le sisal est un agave (sisalana agave). C'est un produit commercialisé généralement au Brésil et à l'Est de l'Afrique pour la fabrication de ficelle. La demande mondiale des fibres et des produits à base de Sisal a chuté de 2,3% entre les années 2000 et 2010. Le marché traditionnel de fibres continue à être érodé par des substituts synthétiques et par l'adoption de technologies de récolte qui utilise peu ou pas de ficelle.

Par contre, dans les matériaux, l'utilisation de fibres de sisal dans le domaine technique comme renforcement des composites trouve un progrès remarquable. Belaadi et al. 2013 [31] ont étudié les propriétés de fibre de sisal. Ils ont démontré que leurs utilisations comme renfort en substitution des fibres artificielles ou synthétiques sont très prometteuses. Mais d'autres recherches [32] montrent qu'il faut tenir en compte la dégradation du composite à base de ces fibres lors qu'il est soumis aux effets de l'environnement. D'autres études [33] ont démontré que l'utilisation d'agents ignifuges ne rapporte aucun effet synergique sur les composites sisal/PP. L'introduction d'hydroxyde de magnésium et le borate de zinc dans des composites (sisals/PP) agit comme retardateurs de flamme, réduit la vitesse de combustion et augmente la stabilité thermique des composites. En outre, ces matériaux composites présentent des différences insignifiantes de la viscosité de cisaillement à des vitesses de cisaillement élevées ce qui indique que les types de retardateurs de flamme utilisés dans [33] n'ont aucun impact sur l'aptitude au traitement des matériaux composites. Ainsi les composites (Sisal/PP) ou les retardateurs de flamme ont été ajoutées présentent des propriétés mécaniques à la traction et à la flexion comparables à celles des composites sans retardateurs de flamme.

I.2.3.4. Coco

Les fibres de noix de coco sont situées entre une grosse noix et l'enveloppe extérieure (la peau coriace de la noix de coco). La production de la fibre de coco est largement déterminée par la demande. Elle est considérée comme sous-produit de noix de coco. On estime qu'environ 10% de toutes les enveloppes sont utilisées pour l'extraction de la fibre afin de satisfaire la demande

croissante des fibres de coco. Les quantités de noix de coco étant abondantes, les producteurs peuvent ajuster rapidement et relativement selon les conditions du marché et les prix.

La noix de coco se compose de l'épicarpe (peau extérieure résistant à l'eau) et le mésocarpe (zone fibreuse). Cette zone fibreuse est constituée de faisceaux de fibres incorporés dans le tissu parenchymateux non fibreux. Il en existe deux types: coco blanc et brun. Les faisceaux de fibres blancs proviennent de noix de cocos verts immature et les faisceaux de fibres marron sont obtenus à partir de noix de cocos mûrs qui ont perdu leur couleur verte.

L'utilisation des fibres de noix de coco comme renfort dans les matériaux composites a été étudié par plusieurs chercheurs. Wie et al. [34] ont caractérisé le composite coco/caoutchouc naturel. Ils ont trouvé que la fraction volumique de 60% de fibres de noix de coco présente le meilleur choix pour le renforcement du composite. Une fraction volumique inférieure ou supérieure à 60% peut réduire la résistance à la traction du composite. Plusieurs autres études [35] [36] [37] [38] ont examinés l'influence des propriétés de surface, les propriétés physiques et chimiques des fibres de noix de coco sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites PP/coco.

1.2.3.5. Plante d'Alfa

La plante Alfa dont le nom scientifique est *Stipa-Tenacissima*, également appelé Halfa ou Esparto en Espagnol, est une herbe vivace typiquement méditerranéenne couvrant les territoires du sud de l'Europe (Espagne et la France) et les hauts plateaux de l'Afrique du nord. Cette plante pousse en grappes dans les conditions météorologiques défavorables. Cette plante fleurit dans le sable, sols ferrugineux, dans les situations ensoleillées et même sur les zones côtières. Les feuilles de la plante d'Alfa peuvent atteindre une hauteur de 1 m jusqu'à 1,20 m (3 à 4 pieds). La majorité des feuilles sont cylindriques de 0,6 à 3 mm de diamètre. Elles servent aussi comme fourrage quand elle est jeune. Selon Harche [39], la plante d'Alfa comprend deux saisons de croissance (l'automne et le printemps) et deux autres saisons latentes (l'hiver et l'été). La maturation des grains se fait généralement en été durant les mois de juillet et d'août. En automne, les touffes d'alfa sont en pleine phase végétative. Ainsi, la plupart des feuilles sont matures et les plus jeunes commencent à se développer. Cependant, en hiver la plupart des feuilles sont jeunes et la croissance s'arrête en raison du temps froid. Au printemps, la saison de l'inflorescence, la floraison commence généralement en mai et se termine à la fin de Juin [40]. Une floraison précoce peut être observée en avril si les pluies d'automne auraient été

suffisantes et l'hiver chaud. Ainsi, la floraison varie en fonction de l'emplacement et de la variation des conditions climatiques sur l'année [41].

Comme les autres plantes, les principaux composants chimiques de la plante Alfa sont la cellulose, la lignine, la cendre, le silica, l'hémicellulose, la pectine et les cires et d'autres impuretés. La variabilité des pourcentages des composants chimiques est généralement due à la zone de récolte, la saison et la partie étudiée sur la feuille (tout à fait comme le lin qui présente une variation selon la localisation des fibres sur les tiges [23]). Les taux des composants selon [39][42][15][16] sont présentés dans le Tableau 3.

Matière	Harche [39]	Paiva [42]	Brahim [15]	Bouiri [16]
	(%)	(%)	(%)	(%)
Cellulose	43,81	45	45	47,63
Lignine	18,76	23	24	17.71
Cendres	4.66	2	2	5.12
Silica	1.76	/	/	/
Hémicellulose/Pectines	28.4	25	24	22
Cires	/	5	5	/
Extraction et autres	2.61	/	/	7.39
Total (%)	100	100	100	100

Tableau 3 : Composition chimique des fibres d'alfa.

I.2.4. Structures physiques des fibres naturelles

Les fibres végétales et les feuilles sont des expansions d'une cellule assimilable à un matériau composite dont la matrice est composée principalement de lignine, hémicellulose et de cires [43] et les renforts sont des fibrilles de cellulose.

Les fibrilles cellulosiques disposées sur toute la longueur des fibres, présentent une structure multicouche complexe. La paroi primaire externe notée S1 (Figure 4) est très mince (environ 0,1µm d'épaisseur) et très élastique. Elle croît avec l'augmentation de taille de la cellule. Elle entoure la paroi secondaire qui est plus épaisse notée S2. Cette structure est très similaire à celle des fibres de bois. Il faut noter que très peu de différences existent entre la couche S1 et la

couche S3 (couche intérieure). La couche S2 contenant les fibres et les fibrilles, détermine les propriétés mécaniques.

Des études [44][45] ont montré que les micro-fibrilles de cellulose ont une direction privilégiée dans les couches S1, S2 et S3. Elles sont parallèles entre elles mais disposées en hélice suivant un angle ϕ par rapport l'axe de la tige. Cet angle est nommé angle des micro-fibrillaire (Figure. 4(b)). Dans la couche (S2), seul ϕ varie sensiblement en fonction de la nature de la fibre et en particulier suivant les conditions de croissance.

Les paramètres les plus importants pour la détermination du comportement mécanique de la fibre sont :

- l'angle des micro-fibrilles
- la teneur en cellulose (celle-ci varie selon le type de la plante et la zone de la récolte).

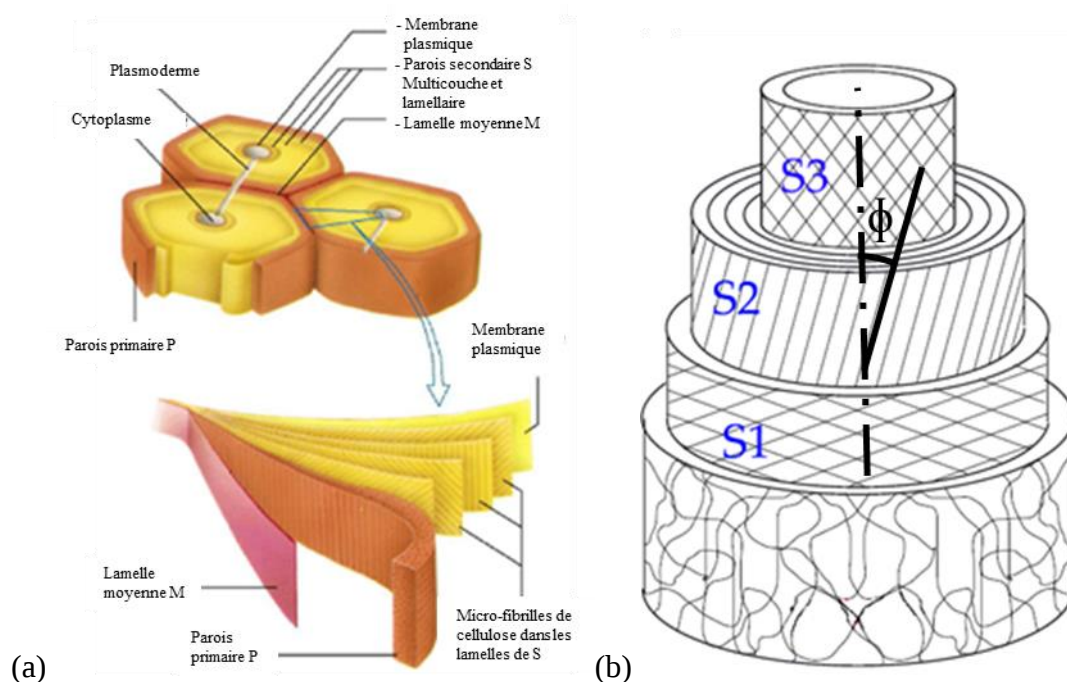


Figure. 4. (a) Représentation schématique de la paroi végétale et ses couches, (b) Représentation schématique des différentes sous-couches constituant la paroi végétale [46].

I.2.5. Composition chimique des fibres

La composition chimique des fibres naturelles diffère d'une plante à l'autre et dépend généralement de la composition du sol, des conditions climatiques et de l'âge de la plante. Les

principaux composants sont la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Leurs proportions déterminent les propriétés de la fibre. D'autres produits comme les pectines, les cires et les protéines peuvent être présents mais en quantités plus faibles. Quant à l'eau, sa molécule reste indispensable pour la survie de toutes les espèces végétales. Le tableau 4 donne le pourcentage volumique de quelques fibres végétales, les composants chimiques, leurs natures polymériques et leur fonction.

	Coton	Jute	Lin	Ramie	Sisal	Nature polymérique	Fonction dans la paroi
Cellulose	82,1	64,4	64,1	68,6	65,8	Molécule linéaire	Fibre
Hémicellulose	5,7	12,0	16,7	13,1	12,0	Molécule ramifiée	Matrice
Pectine	0,7	0,2	1,8	1,9	0,8	Molécule polymérique	Protection
Lignine	-	11,8	2,0	0,6	9,9	Réticulé 3D, amorphe	Matrice
Extractifs	1,0	1,1	3,9	5,5	1,2	Molécule polymérique	Protection
Cire (Wax)	0,5	0,5	1,5	0,3	0,3	-	Protection
Eau	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	-	Protection

Tableau 4 : Composants chimiques de certaines fibres végétales, natures et fonctions [47].

1.2.5.1. Cellulose

Les différentes constitutions chimiques des fibrilles cellulosiques et leurs morphologies à grande échelle sont présentées dans cette section. La cellulose représente la majeure partie des fibrilles.

La molécule de cellulose construit une série de cycles de glucoses reliés entre elles. La cellulose est considérée comme un polymère composé du monomère glucide dont la formule moléculaire est $C_6H_{10}O_5$ (la Figure 5). Ce monomère se répète quelques dizaines de milliers de fois. C'est une molécule fortement hydrophile (ayant une caractéristique d'absorption d'eau) [48][49], résistante aux oxydants [50] et qui confère une rigidité à la fibre.

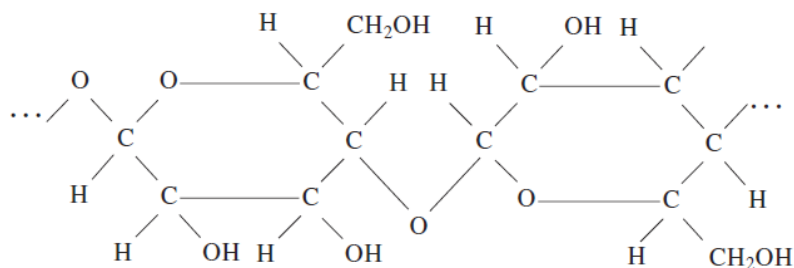
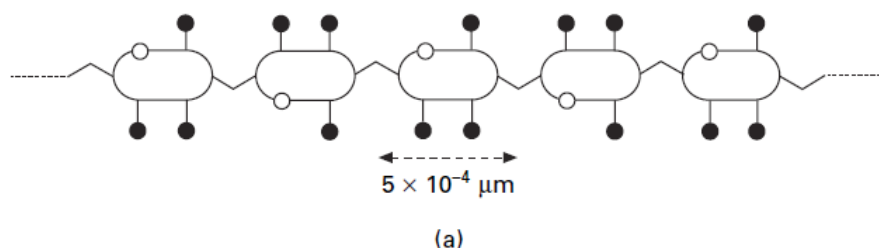


Figure. 5. Structure du monomère de la molécule de cellulose.

Il est instructif d'examiner une représentation schématique simple de ses caractéristiques essentielles. La molécule de cellulose est une longue chaîne moléculaire (voir Figure 6(a)), composée de groupes liés ensemble par des liaisons covalentes simples. La chaîne peut être prolongée à une longueur indéfinie et possède une direction unique en raison de l'asymétrie des atomes dans les cycles de glucose, ce qui en fait une caractéristique secondaire. Le dépassant de la chaîne sont les groupes hydroxyle (—OH), qui peuvent établir des liens avec d'autres groupes hydroxyles au moyen de liaisons hydrogènes. Cela se traduit par l'enchaînement des chaînes voisines comme montré sur la Figure 6(b).

Les molécules d'eau peuvent également être fixées par la même sorte de lien. Les chaînes ont une forte préférence pour s'assembler en cristaux (Figure 6(c)). Dans les régions non cristallines, des liaisons hydrogène se forment dans l'assemblage désordonné de segments de chaînes. La molécule de cellulose a dans ce cas de figure une forme de ruban, qui a une rigidité comparable à la molécule du polyéthylène avec une résistance considérable au pliage et à la torsion.



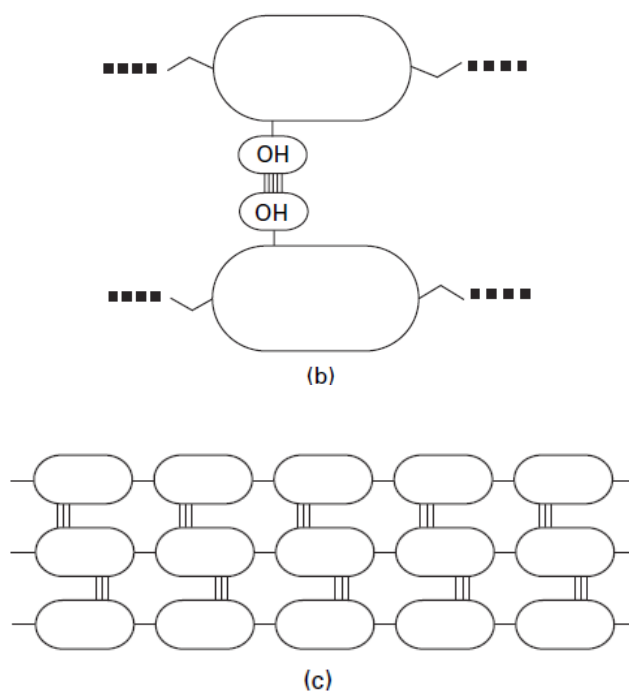


Figure. 6. Les caractéristiques essentielles de la molécule de cellulose: (a) la chaîne; (b) la réticulation par des liaisons hydrogène; (c) représentation schématique d'un cristal.

L'autre paramètre influençant de manière significative les propriétés mécaniques des fibres est le degré de polymérisation (DP). Celui-ci varie d'une plante à l'autre. Pour la cellulose, il varie entre 400 et 14000. Le maximum est atteint pour la cellulose native (n'ayant subi aucun traitement d'extraction). En moyenne, après traitement de purification, les celluloses possèdent un DP de 2500 [51].

1.2.5.2. Hémicellulose

Les principales hémicelluloses se trouvent dans les bois. Ce sont des polymères solubles dans l'eau. C'est une classe de polymères très variés de nombreux monomères et leur structure est en fonction de l'espèce végétale (Figure 7). Elles sont amorphes avec une masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Le degré de polymérisation du monomère est compris entre 150 et 300 [52][53]. Les hémicelluloses sont constituées de monomères glucidiques variés tels que la xylose, le mannose, le galactose, le rhamnose et l'arabinose.

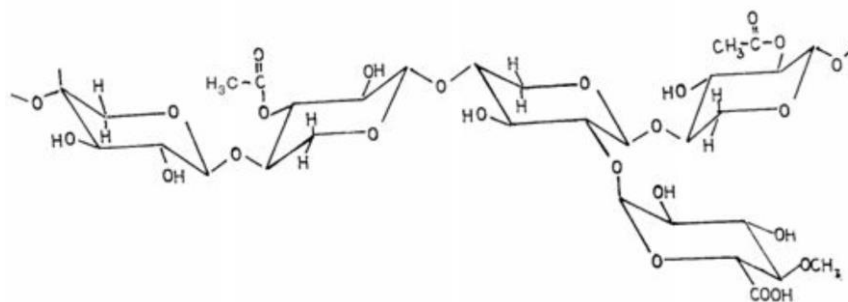


Figure. 7. Représentation schématique de la molécule de l'hémicellulose [54].

I.2.5.3. *Pectine*

La pectine est un polymère acide composée d'une chaîne d'acide uronique (voir Figure 8). Cet acide est obtenu par oxydation du dernier carbone de sucre [49]. Elle fournit la flexibilité à la plante [55]. Les pectines sont présentes dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules. Ces substances sont présentes avec des quantités moindres que la cellulose et la lignine mais elles restent un élément d'une importance significative. Elles jouent un rôle capital dans l'architecture des parois végétales. En effet, elles constituent un ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux [56]. Elles sont aussi responsables de la rigidité et de la cohésion (à l'image des hémicelluloses) et sont associées aux autres composants chimiques (cellulose, hémicellulose, lignine) par des liaisons physiques et/ou chimiques. Généralement, les pectines sont extraites à l'eau chaude.

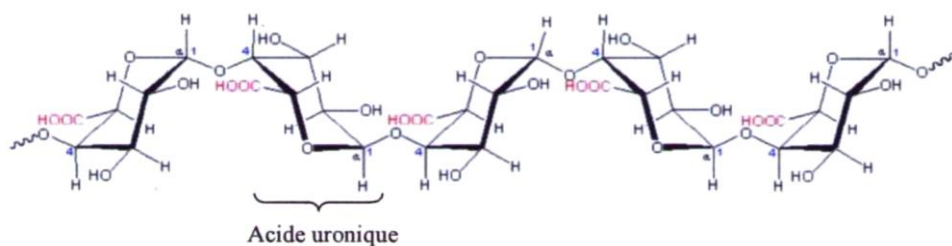


Figure. 8. Structure d'une chaîne d'acide uronique.

I.2.5.4. *Lignine*

La lignine est la deuxième substance organique abondante et importante dans le monde végétal. La présence de la lignine dans les parois cellulaires des plantes augmente les propriétés

mécaniques à un tel point que d'énormes plantes (comme les arbres de hauteurs de plus de 100m) peuvent rester debout.

La lignine est constituée d'un polymère phénolique tridimensionnel très irrégulier, réticulé de façon aléatoire et composé d'unités de phénylpropane reliées par plusieurs liaisons différentes. Ce polymère, dérivé du composé phénylpropanoïdes alcool coniférylique et alcools liés. La lignine peut être définie comme un matériau amorphe polyphénolique résultant d'une polymérisation par déshydrogénation intermédiaire d'enzyme de trois monomères [57].

Les valeurs moyennes approximatives des masses molaires des pectines sont : 20000g/mol pour les bois tendres (des bois résineux), et de 5000 à 10000g/mol pour les bois durs. Les figures (Figure. 9(a), (b) et (c)) présentent les motifs élémentaires de la lignine.

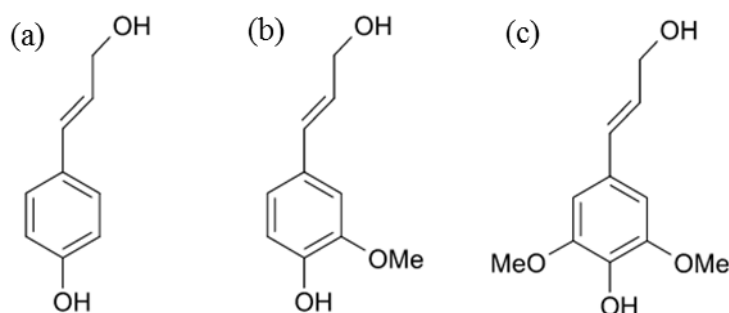


Figure. 9. Motifs élémentaires de la lignine [52][58][59].

1.2.5.5. Cires et cendre (agents dispersifs)

Les graisses et les cires sont des esters d'acide gras et d'alcool gras. Leurs présences varient selon les végétaux. Ces substances entraînent des modifications à l'extérieur de la paroi végétale. Elles sont totalement imperméables à l'eau et aux gaz, protégeant la plante contre la déshydratation durant les saisons arides en minimisant les échanges de gaz et d'eau avec les milieux extérieurs (limitant la transpiration des plantes). Ainsi, les cires ont une propriété importante sur les végétaux, elles assurent une protection contre toutes les attaques extérieures des insectes et des microbes. Le deuxième type de ces substances est la cutine. Cette dernière se dépose sur l'épiderme, formant un film protecteur, appelé la cuticule. La cutine correspond à l'assemblage d'hydroxy-acides tels que l'acide palmitique, l'acide stéarique et l'acide oléique. Les pourcentages des cires et des cendres sont généralement moins de 2% pour la plupart des fibres végétales. La mesure gravimétrique de la teneur en cendre est faite en brûlant le matériel

végétal avec le reste des matières minérales dans un four [60][61]. Dans certains cas, la teneur élémentaire peut être importante dans des tissus particuliers des fibres. La quantité de ces éléments dans les fibres est liée directement au type du traitement appliqué [62].

I.3. Méthodes d'extraction des fibres naturelles

Dans la plus part des cas, l'utilisation des plantes végétales dans le domaine technique ne trouve d'intérêt que si elles sont incorporées ou élaborées sous forme de fibres. Donc, l'enjeu majeur, c'est de trouver les meilleures méthodes d'extraction des fibres à partir du végétal brut. Dans ce sens, et depuis longtemps, l'homme a développé plusieurs méthodes pour y parvenir. Trois grandes familles de ces méthodes sont à distinguer :

1. Méthodes naturelles,
2. Méthodes physiques,
3. Méthodes chimiques.

Comme mentionné précédemment, la plante d'Alfa est souvent utilisée dans leurs états bruts (à l'état pur) ou bien sous forme de pâte à papier, donc, l'extraction de ces fibres est une notion récente. Les différents types des traitements chimiques utilisés pour l'obtention de la pâte à papier ne conviennent pas pour l'extraction des fibres pour des applications techniques.

Dans la partie qui suit, une présentation de certaines méthodes adoptées pour l'extraction des fibres destinées au domaine technique est présentée.

I.3.1. Méthodes naturelles

Des méthodes naturelles respectant l'environnement sont utilisées pour l'extraction des fibres. Ce sont :

I.3.1.1. Le rouissage

Le rouissage est une des méthodes naturelles d'extraction des fibres telles que les fibres de chanvre et de lin, dont l'utilisation est directement liée au domaine du textile. Le rouissage est un procédé microbien qui permet la séparation des fibres du cœur ligneux et brise les liaisons chimiques qui maintiennent l'ensemble formant la tige. Les fibres sont séparées du reste de la

tige sans être dégradées. Les deux types traditionnels de rouissage sont le rouissage à terre et le rouissage à l'eau.

a. Rouissage à terre

La méthode de rouissage à terre est très utilisée dans les champs après la récolte. Les tiges des plantes sont coupées ou arrachées et laissées pour pourrir dans le champ. Les agriculteurs surveillent de près le processus pour s'assurer que les fibres rouissent et se séparent du noyau interne sans dégradation. Ce processus se développe grâce à l'action combinée du soleil et de l'humidité nécessaires pour favoriser la production et le développement des microorganismes (microbes) capables de dissocier les éléments non cellulotiques. Les liaisons reliant l'ensemble sont ainsi éliminées par ces microbes. La durée du rouissage dépend des conditions météorologiques. Celle-ci est prépondérante avec le niveau de pluviométrie et de la température. Si la durée de rouissage est mal évaluée, à l'issue de ce traitement, les fibres obtenues peuvent être soit trop sèches ou trop rouies. Cela n'est pas recommandé car les fibres seront d'une mauvaise qualité. Cette méthode comprend plusieurs handicaps comme la dépendance totale aux conditions météorologiques et le contrôle continu du taux d'humidité. Cependant, ce type de rouissage a été largement utilisé pour le chanvre et le lin car il est facile à mettre en œuvre et peu coûteux, mais c'est un procédé qui reste aléatoire.

b. Rouissage à l'eau

Ce type de traitement, repose sur le même principe de développement des microbes. Contrairement au rouissage à terre, le rouissage à l'eau produit plus uniformément des fibres de qualité meilleure. Le principe est simple, il suffit juste de plonger les tiges et les feuilles dans de l'eau dans un réservoir ou bien dans une rivière. La durée optimale du rouissage sera déterminée à travers un contrôle continu. En outre, le procédé utilise de grands volumes d'eau propre qui doivent être traitées avant d'être rejetées dans la nature dans le cas des réservoirs. Mais pour ce qui est du rouissage dans les rivières, cela pose des problèmes de pollution. Le rouissage à l'eau a été largement abandonné dans les pays où la main-d'œuvre est chère et où les règlements environnementaux existent. La plupart des fibres de chanvre actuellement utilisées dans les textiles sont obtenues par le traitement à l'eau provenant de la Chine et de la Hongrie. Les scientifiques pensent, que les microorganismes améliorés où l'utilisation directe des enzymes permet la production des fibres libériennes de qualité.

I.3.1.2. Traitement enzymatique

L'utilisation de la technologie de l'enzyme est de plus en plus employée pour le traitement des fibres naturelles. Actuellement, l'utilisation d'enzymes dans le domaine du textile est en augmentation rapide. Une des principales raisons pour embrasser cette technologie réside dans le fait que l'application des enzymes est respectueuse de l'environnement et donne les meilleures propriétés mécaniques des fibres. Les réactions catalysées sont très spécifiques et ont un rendement ciblé. Des travaux de recherche sur l'effet du traitement enzymatique sur la fibre d'Alfa et l'abaca ont montré que la résistance à la traction est augmentée [63] [64]. Il a été aussi montré que la résistance à la traction du composite renforcé de fibres d'abaca après un traitement enzymatique augmente de 5 à 45% en raison des modifications morphologique [64]. Cependant, les enzymes utilisées sont rares et chères ce qui en fait un traitement très coûteux par rapport aux autres méthodes de traitement [65].

I.3.1.3. Action microbienne

Il existe trois groupes d'agents microbiens capables d'éliminer les composants non cellulotiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes : les bactéries, les protozoaires et les champignons.

- a. La première catégorie des bactéries sont celles qui possèdent une activité glycosidasique capables d'hydrolyser la chaîne principale, la deuxième dépolymérase et de couper les chaînes latérales en utilisant les oligosaccharides et les oses libérés. La deuxième possède des activités glycosidasiques mais elle est dépourvue d'activité dépolymérase. La troisième possède uniquement une activité dépolymérase mais elle est incapable d'utiliser les produits d'hydrolyse des hémicelluloses.
- b. Plusieurs espèces des protozoaires sont capables de dépolymériser les hémicelluloses, ainsi que pour les substances pectiques, mais elles n'ont qu'une capacité limitée à utiliser les produits d'hydrolyse comme source d'énergie.
- c. A propos des champignons, ils sont capables de dépolymériser le composé d'hémicelluloses et d'utiliser les oligosaccharides et les oses libérés, et de solubiliser partiellement la lignine. Cependant, ils ne peuvent pas dépolymériser les pectines [66].

Ce qui est à retenir, c'est que toutes ces catégories ont pour but de détruire les liaisons et les composants non cellulotiques, pour ne laisser en fin de compte que la cellulose (la fibre).

I.3.2. Méthodes physiques

Les méthodes physiques comprennent l'étirage, le calandrage, le traitement thermique et la production de fils hybrides pour la modification des fibres naturelles. Les traitements physiques changent les propriétés structurales et de surface de la fibre influençant ainsi la liaison mécanique des polymères. Par contre, les traitements physiques ne changent pas beaucoup la composition chimique des fibres. Par conséquent, l'interface est généralement améliorée par l'intermédiaire d'une liaison mécanique accrue entre la fibre et la matrice.

I.3.2.1. Traitement corona

Le traitement par décharge de corona est l'une des techniques les plus intéressantes pour l'activation de l'oxydation de surface. Ce procédé modifie l'énergie de surface des fibres de cellulose. Le traitement par corona à la fibre de cellulose a un effet efficace pour l'amélioration de la compatibilité entre des fibres hydrophiles et une matrice hydrophobe [67]. A titre d'exemple, des travaux [68] [69] ont montré que le traitement de corona a un effet significatif sur les propriétés mécaniques (résistance à la traction, à la compression et des mesures de contrainte-déformation) des composites à base de fibres de chanvre traités avec la décharge de corona et une matrice PP. Cette amélioration est due principalement à l'augmentation de l'adhérence fibres/matrice [68] [69].

I.3.2.2. Traitement au plasma

Le traitement au plasma est une autre méthode de traitement physique similaire à un traitement Corona. Le procédé de plasma consiste à apporter des changements sur la surface des fibres. Une variété de modifications de surface peut être réalisée en fonction du type et de la nature des gaz utilisés. Suite à ce type de traitement, des radicaux et des groupes libres réactifs peuvent être produits, l'énergie de surface peut être augmentée ou diminuée et la surface de réticulation peut être introduite. L'attaque par plasma provoque ainsi des modifications sur la morphologie, la perméabilité, la structure des fibres végétales (c'est ce qui a été observé par [70]). La surface rugueuse des fibres obtenue améliore la résistance mécanique des composites suite à l'augmentation de l'adhérence inter-faciale fibres/matrice.

I.3.3. Méthodes chimiques

Les fibres de cellulose, qui sont fortement polarisée, fondamentalement incompatibles avec les polymères hydrophobes en raison de leur caractère hydrophile. Dans de nombreux cas, il est possible d'induire la compatibilité des deux matières incompatibles par l'introduction d'un troisième matériau qui possède des propriétés intermédiaires entre celles des deux autres. Il existe plusieurs mécanismes de couplage de matériaux.

Les méthodes chimiques permettent d'abord d'éviter les inconvénients de l'extraction naturelle, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables. Dans cette section, nous présentons les principales méthodes d'extraction chimique des fibres végétales. Beaucoup d'études ont été menées sur les modifications chimiques des fibres naturelles en vue d'améliorer les caractéristiques mécaniques et d'augmenter l'adhérence entre la fibre et la matrice polymère en utilisant différents produits chimiques.

I.3.3.1. Traitement à l'acide

L'acide est une solution qui élimine les composants non cellulotiques de la fibre. L'attaque se fait par l'action d'un acide (de préférence fort) tel que l'acide sulfurique qui en modifie le composant de la lignine en acide soluble, qui, grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium. Pour cela, certains travaux utilisent des pré-traitements à l'acide avant le traitement alcalin [71].

I.3.3.2. Traitement alcalin

Le traitement alcalin est le procédé chimique le plus couramment utilisé pour dissoudre les composants non cellulotiques (enlèvement d'une certaine quantité de lignine, cire et des cendres couvrant la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre) des fibres naturelles destinées au renforcement des matériaux composites. Les modifications importantes obtenues avec le traitement alcalin sont la rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau, et l'augmentation de la rugosité de surface des fibres. Les paramètres du traitement alcalin sont : la durée du traitement, la concentration de la soude et la température. Ces paramètres sont à définir selon le type (l'espèce), l'âge et l'état de la plante. Ils sont bien définis afin d'éviter la dégradation des fibres cellulotiques (éviter l'oxydation de la cellulose).

Dans la bibliographie, des investigations [72][73][74] ont montré que le traitement alcalin a un effet positif sur les propriétés de traction des fibres naturelles (ramie, sisal et jute). Selon ces recherches, les améliorations des propriétés sont reliées directement au changement de la structure morphologique et chimique des micro-fibrilles lorsque la concentration est optimale. Dans le cas contraire, un excès de concentration entraîne des dommages sur les fibres, qui à leur tour entraîneront une réduction des caractéristiques mécaniques.

I.4. Conclusion du chapitre I

En raison de contraintes écologiques, des recherches sont menées pour étudier la possibilité d'exploiter et d'utiliser des matériaux composites à base de fibres naturelles dans des applications techniques très diverses. Le challenge est d'extraire des fibres avec des propriétés mécaniques et physiques qui peuvent concurrencer les autres fibres synthétiques. Pour cela, divers traitements (naturels, physiques et chimiques) sont utilisés.

Des résultats scientifiques [75,76] ont montré que les propriétés mécaniques de certaines fibres comme le sisal et le chanvre dépassent les propriétés des fibres de verres classe E. Ce qui encourage leurs utilisations.

La qualité de la fibre extraite après le traitement déterminera les propriétés mécaniques du matériau composite. Or, d'après la littérature, généralement, des niveaux élevés de variabilité des propriétés des fibres sont observés. Cet inconvénient est lié à plusieurs paramètres dont :

- Endroit et période de la récolte,
- Conditions météorologiques,
- Conditions et paramètres des traitements utilisés pour l'extraction des fibres,

Dans la partie expérimentale de cette thèse, les procédés utilisés pour extraire les fibres d'alfa sont le rouissage et le traitement alcalin. Une description détaillée de ces procédés est fournie (Chapitre III). Une originalité est apportée dans la méthode d'extraction des fibres, à savoir un post-traitement mécanique après le rouissage et le traitement alcalin favorisant la séparation des fibres et éliminant les résidus des composants non cellulodiques.

Chapitre II : Extraction est caractérisation des fibres d'Alfa.

II.1. Introduction

Une étude générale sur les fibres textiles, leurs sources et leurs domaines d'application avec une focalisation sur la plante d'Alfa a été présentée au chapitre I, ainsi que quelques méthodes utilisées pour l'extraction des fibres végétales. Dans le présent chapitre, une description des protocoles expérimentaux suivis pour l'extraction des fibres d'Alfa est détaillée. Les protocoles sont basés sur une succession de procédé chimique, naturelle et mécanique afin d'optimiser la qualité des fibres extraites. Par la suite, une étude approfondie de leurs morphologies, leurs propriétés physiques et leurs caractéristiques mécaniques est présentée.

Les propriétés des fibres naturelles les plus importantes en vue d'une application technique sont les propriétés mécaniques. Les propriétés d'une structure végétale telle qu'un mat ou un tissu dépend d'une interrelation complexe entre l'arrangement des fibres et les propriétés des fibres. Bien que la connaissance des propriétés de la fibre soit essentielle pour la compréhension des propriétés des tissus. L'état du matériau dépend de son origine, y compris les procédés auxquels il a été soumis et la méthode mécanique d'extraction des fibres, il dépend aussi de la température et la quantité d'humidité qu'il contient.

En raison de la forme des fibres étudiée et dans de nombreuses applications, les propriétés mécaniques les plus importantes de fibres sont leurs résistances à la traction, à savoir leurs comportements et leurs allongements sous le chargement appliqué le long de l'axe de la fibre. Parmi ceux-ci, des expériences de ce genre font l'objet du présent chapitre, mais, pour éviter de donner une fausse impression, il sera d'abord nécessaire de décrire les divers facteurs qui influent sur les résultats de ces expériences. Ces facteurs seront considérés plus en détail plus tard.

II.2. Préparation des feuilles d'Alfa

La préparation des feuilles est une étape nécessaire afin d'optimiser les traitements et rendre l'extraction plus efficace. Cette préparation de feuille commence d'abord par la récolte de la plante, puis une sélection et un découpage, Les étapes sont les suivants :

II.2.1. Récolte de la plante d'Alfa

La récolte de la plante Alfa est faite durant les mois de juillet et août après la maturation des graines. La plante se présente lors de la récolte comme une touffe constituée de feuilles qui sont de forme plate et cylindrique et qui avaient une hauteur maximale d'environ 70 cm (voir Figure 10). L'enlèvement des feuilles est fait uniquement à la main par arrachage. Les feuilles d'Alfa utilisées dans ce travail de thèse ont été récoltées dans la région de sud-ouest algérien, au sud de la Wilaya de Sidi Bel-Abbès.



Figure. 10. La plante d'Alfa.

La méthode de récolte suivie est celle-ci :

Une poignée d'Alfa est saisie à la main, puis enrouler autour d'un bâton ou d'une tige métallique pour assurer la prise. Par la suite, les racines sont fixées avec le pied du ramasseur pour les empêcher d'être arrachées avec les feuilles. Un tirage brusque sur les feuilles permet leurs cueillettes. Celles-ci sont liées en petites balles avec une tresse d'Alfa.

II.2.2. Sélection et découpage des feuilles d'Alfa

Après la récolte, les feuilles d'Alfa sont sélectionnées pour ne garder que les feuilles vertes intactes (vivantes) et sans cassure (endommagement). Elles sont généralement couvertes d'impuretés comme la poussière et la terre, surtout sur leurs parties inférieures. Ensuite, les deux extrémités des feuilles restantes sont découpées pour ne garder que la partie médiane (Figure 11 (a)). Les fibres seront extraites de cette partie médiane parce qu'elle présente une faible variation de diamètre. Les feuilles sélectionnées et découpées sont nettoyées avec de l'eau distillée à plusieurs reprises afin d'éliminer tous les impuretés présentes sur les feuilles (Figure 11 (b)), ce travail préliminaire qui s'impose afin de bien préparer les feuilles, ce prétraitement va augmenter l'efficacité des opérations d'extraction suivantes.

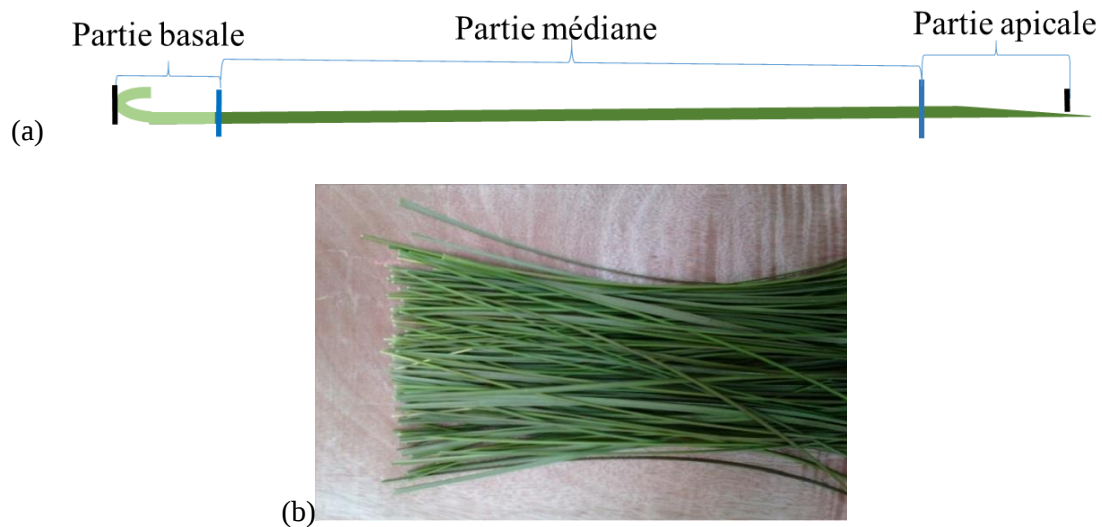


Figure. 11. (a) Principales parties de la feuille d'Alfa, (b) les feuilles d'Alfa après nettoyage.

La feuille d'Alfa se caractérise par trois parties bien visibles (Figure 11 (a)) :

1. La partie basale, c'est l'extrémité inférieure reliée à la racine, où la couleur est un vert clair avec une longueur maximale de 3cm sous la forme d'un crochet très rigide.
2. La partie médiane ou la partie centrale de la feuille, c'est le niveau préférable pour l'extraction des fibres. Il se caractérise par un diamètre constant d'environ 2 à 3mm sur toute la longueur.
3. La partie apicale, c'est l'extrémité supérieure sous forme d'une pointe. C'est la partie où le diamètre de la feuille commence à diminuer jusqu'à la pointe de la feuille.

II.2.3. Observations microscopiques sur feuilles d'Alfa à l'état brut

Après avoir sélectionné, découpé et nettoyé les feuilles, des observations microscopiques sont effectuées et pour étudier la morphologie de la feuille (état de la structure et disposition des faisceaux fibreux dans la feuille). Un microscope optique très performant de marque KEYENCE VHX-10000 a été utilisé. Il a permis de mesurer les diamètres et la forme des faisceaux fibreux constituant la feuille d'Alfa (Figure 12).

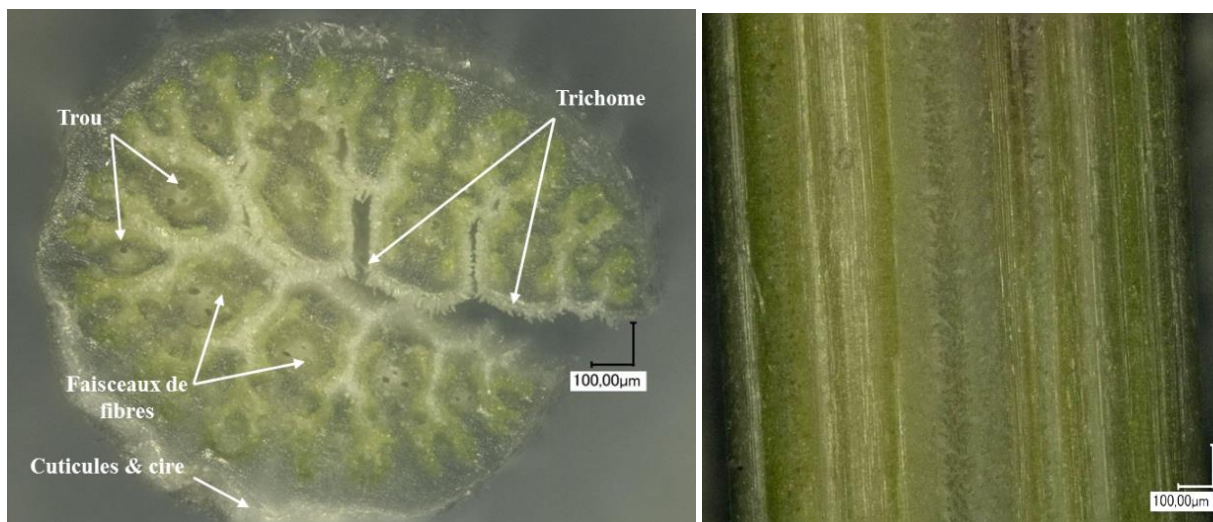


Figure. 12. Coupe transversale et longitudinale sur la feuille d'Alfa.

L'analyse de l'image optique des coupes transversale et longitudinale de la feuille d'Alfa (Figure 13) montre qu'elle est cylindrique, très tenace, et qu'elle est constituée de nombreux faisceaux de fibres rassemblés, et protégés par la peau épaisse de cire et cuticules. Cette peau extérieure est lisse sans topographie particulière à priori.

Les faisceaux fibreux ont une forme polygonale et dès fois cylindrique avec des diamètres différents (entre 50 µm et 300µm). Ils sont collés les uns aux autres par une couche de trichome d'une couleur blanche comme le montre la Figure 12. Contrairement à la surface extérieure, la surface des faisceaux est marquée par la présence d'un relief de substances non cellulosiques et de petits appendices réunissant les faisceaux en forme de trichome. Il est constaté aussi que chaque faisceau de fibres contient des trous (canaux) au centre. Ces derniers transportent l'eau absorbée par les racines pour alimenter la feuille.

D'autres observations avec le microscope électronique à balayage (MEB) sont nécessaires pour examiner distinctement et finement les faisceaux fibreux. Les images du MEB présentées sur la Figure 13 montrent clairement une dispersion aléatoire des trichomes sur la surface extérieure du faisceau constitué de microfibre. La Zone «A» (Figure 13) dévoile que les trichomes sont de petits appendices ressemblant à des poils avec de longues tiges. Des microparticules ou petites taches blanches disposées sur les trichomes sont observées. Ceci confirme la présence d'un autre composant inorganique. Mabrouk et al. [77] ont démontré que ces tâches sont principalement constituées de silice. Les cires et les cuticules (Figure 13 Zone B) sont réparties sur la surface extérieure du faisceau surtout dans les zones liées à la surface extérieure. L'absence des trichomes au-dessus de la peau est à noter (la peau couvre directement les micro-fibrilles).

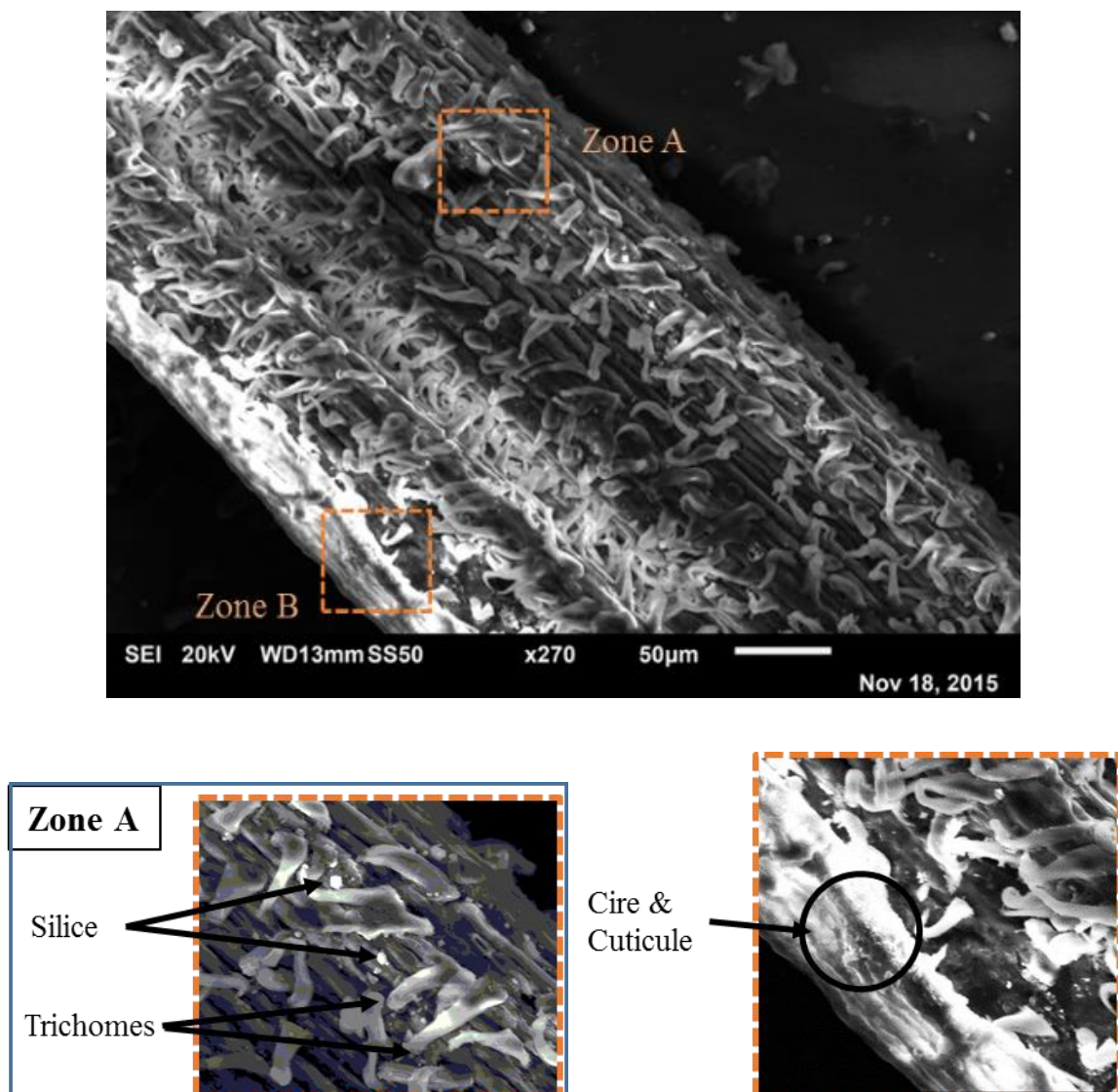


Figure. 13. Observation microscopique sur une fibre.

II.3. Protocoles d'extraction

Parmi les objectifs du présent travail, la recherche et le choix des méthodes d'extraction des fibres d'alfa, dans la perspective d'une optimisation du coût et de la qualité des fibres. Pour cela, différents protocoles d'extraction ont été mis au point puis testés. Il s'agit des méthodes d'extraction naturelles et chimiques. Chacune des méthodes se distingue par plusieurs paramètres.

Or, après analyse des fibres traitées, il a été constaté qu'une certaine quantité de fibres d'alfa restaient collées. Ainsi, des post-traitements mécaniques sont testés dans le but de les séparer les fibres les unes des autres efficacement.

II.3.1. Méthodes d'extraction naturelles

Comme évoqué dans le chapitre I, il existe une multitude de méthodes naturelles d'extraction de fibres cellulosiques. Cependant, certaines de ces méthodes sont très coûteuses et d'autres ne donnent pas de bons résultats. Dans la partie qui va suivre, une description des méthodes naturelles utilisées est faite et les protocoles retenus sont identifiés.

II.3.1.1. Le rouissage à terre

L'opération de rouissage à terre consiste à étaler les feuilles d'Alfa dans un champ après sa récolte. Puis, les feuilles d'alfa ont été arrosées à l'eau pour favoriser le développement des micro-organismes. Cette opération très délicate nécessite une grande connaissance de la procédure car elle génère des inconvénients. Il faut éviter de trop humidifier la terre pour que les feuilles ne pourrissent pas, ni la trop sécher, ce qui va empêcher le développement des bactéries. Cette opération demande donc un contrôle quotidien et continu sinon ça ne fonctionnera pas.

Elle est bien adaptée pour le lin [78], mais pour notre cas, et après un mois de rouissage, une forte odeur de moisissure a été ressentie. D'autre part, une partie de toutes les feuilles a changé de couleur (marron foncé). Cependant, pour que le rouissage soit efficace sur toute la feuille, on a dû prolonger l'opération de plusieurs mois. Ce protocole délicat à mettre en place (mobilisation, gaspillage d'eau, pourrissement des feuilles, agression de la terre, ...) a été écarté.

II.3.1.2. *Le rouissage à l'eau*

Le rouissage à l'eau est une méthode très répandue par rapport rouissage à terre. Il consiste à immerger les feuilles d'Alfa dans un bain d'eau à la température ambiante. La durée de rouissage est liée au développement des micro-organismes. Dans le présent travail, trois types de rouissage ont été testés, il s'agit du :

1. **Rouissage dans l'eau bouillie** : Le rouissage à l'eau chaude dépend essentiellement de la température et de la pression appliquée. Une bote de 1kg de feuilles d'Alfa est laissée bouillir à ébullition dans une enceinte métallique fermée contenant de l'eau pour une durée de 6h à 8h. Après cette opération, les feuilles sont nettoyées à l'eau distillée et sont extraites mécaniquement (voir paragraphe III.3.2). Le rouissage à l'eau bouillie s'est avéré peu ou pas efficace car les feuilles sont restées presque identiques à l'état initial (la couleur n'a pas beaucoup changé et les fibres s'abiment en essayant de les séparer). Cette méthode connaît plusieurs handicaps (température optimale méconnue, durée de traitement trop longue, coût énergétique élevé). De ce fait, ce protocole est aussi écarté.
2. **Rouissage à l'eau salée (l'eau de mer)** : ce type de rouissage est inspiré de l'extraction traditionnelle des fibres d'Agave pratiquée par les anciens pêcheurs dans l'eau de mer. L'eau salée élimine une grande quantité de cires et de cuticule. Une botte de 1kg est plongée dans un bain d'eau de mer pour une durée indéterminée au préalable. La durée du traitement est estimée en prélevant en continu des échantillons sur lesquels on effectue des essais d'extraction. La durée optimale obtenue est de 3 semaines. Après une extraction mécanique (voir paragraphe II.3.2), il a été observé que les faisceaux de fibres d'Alfa sont plus nombreux et les diamètres sont réduits.
Les observations microscopiques des fibres extraites par ce protocole sont présentées dans le paragraphe II.4.1, partie « caractérisation morphologique ».
3. **Rouissage à l'eau distillée** : le principe de cette méthode est de gonfler les cellules internes de la feuille d'Alfa permettant ainsi l'introduction de bactéries et des champignons entre les faisceaux fibreux. Le changement de la couleur de l'eau et des feuilles d'Alfa (voir Figure 14 (a)), ainsi que le dégagement d'une odeur forte de moisissure, témoignent que les conditions du traitement sont favorables. Comme pour le rouissage à l'eau salée, il a été observé que la durée du traitement pour que les fibres

soient délignifiées est de 3 semaines. le premier procédé de rouissage à l'eau distillé ne change pas la couleur des fibres (voir Figure 14 (b)). Les observations microscopiques des fibres montrent que ce protocole produit des fibres plus uniformes par rapport au rouissage à l'eau salée. Ce type de traitement est considéré comme un traitement enzymatique naturel utilisant des bactéries, des microbes et des champignons [79,80].



Figure. 14. (a) Les feuilles après rouissage, (b) Les fibres après extraction.

Après les expérimentations menées et décrites précédemment, on retient les points suivants :

- Les procédés d'extraction par rouissage à terre et rouissage à l'eau bouillie sont écartés parce qu'ils souffrent de deux problèmes majeurs. Le premier problème est la difficulté de contrôler les paramètres du traitement qui sont très difficiles quand il s'agit de petites productions. Le deuxième étant la détérioration physique et mécanique des fibres constatée lors de l'extraction.

- Les traitements naturels retenus pour la suite de ce travail sont :

1. Le rouissage à l'eau salée et,
2. Le rouissage à l'eau distillée.

Le point commun entre ces deux traitements, c'est qu'ils ont permis l'élimination d'une quantité des éléments non-cellulosiques, mais les fibres sont restées collées les unes aux autres. Afin d'y remédier, une extraction mécanique est nécessaire pour séparer les faisceaux de fibres. Ces méthodes mécaniques sont le teillage manuel et le laminage suivis par l'opération de peignage.

Remarque : Pour d'autres plantes telles que le lin et le chanvre, les mêmes opérations mécaniques sont produites mais sous une autre forme : le battage à la main et le teillage manuel.

II.3.2. Extraction mécanique

Pour garantir une bonne séparation des fibres, une extraction mécanique nécessaire a été mise en place. Les feuilles d'Alfa sont passées d'abord par l'opération de battage (teillage et laminage), ensuite elles ont été brossées mécaniquement à l'aide d'un peigne à dentures métalliques. Après ces opérations, qui sont décrites ci-dessous, les fibres obtenues sont longues, fines et très souples.

II.3.2.1. Le teillage manuel

Le teillage manuel est une méthode très ancienne utilisée pour séparer le bois des tiges de lin, de chanvre et d'autres plantes. Les feuilles sont insérées dans le tilleul, l'instrument manuel à levier (Figure 15), ensuite elles sont battues. Cette opération est poursuivie jusqu'à ce que les feuilles soient les plus souples possibles. L'opération est effectuée manuellement et successivement du pied à la tête sur la partie médiane de la feuille d'Alfa (Figure 15).

Il a été constaté que le teillage manuel n'est pas la meilleure méthode pour casser les liaisons entre les fibres d'Alfa. Les feuilles s'endommagent sous l'action du teillage suite aux sollicitations mécaniques agressives.

Ainsi, lorsqu'après avoir effectué un teillage manuel, on a constaté que l'opération de peignage casse les fibres. Les fibres cassées causent de ce fait des difficultés pour passer à travers les dents (création d'une pelote de nœuds des fibres cassées). Certaines études sur le teillage des tiges de lin ont distingué que la majorité des fibres obtenues sont courtes, aussi appelées étoupes, sont moins résistantes [78,81].

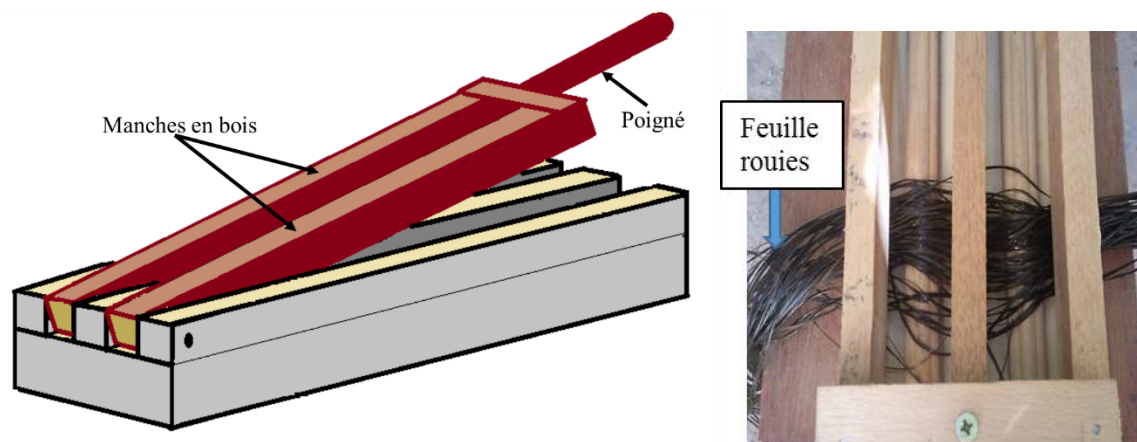


Figure. 15. (a) Principe du teillage manuel, (b) tailleuse utilisée sur les feuilles rouies.

Suite aux problèmes techniques rencontrés tels que la création de la pelote de nœuds des fibres cassées et aux mauvais résultats liés à la qualité des fibres extraites par le teillage manuel, il a été décidé de s'orienter vers un autre procédé d'extraction mécanique plus adapté, à savoir le laminage.

II.3.2.2. Le laminage

Le laminage est la deuxième méthode mécanique testée sur les feuilles d'Alfa après les différents traitements. Cette méthode consiste écraser les feuilles d'alfa dans le sens longitudinal (passer les feuilles d'Alfa entre les deux cylindres du laminoir).

Le réglage de l'espace entre les deux cylindres du laminoir est très important, est comme le diamètre des feuilles après le traitement est d'environ 2mm le réglage de l'espace de passage est de 1mm pour ne pas endommager les fibres. Le laminoir est équipé d'un ressort sur le cylindre d'impression permet les écartements supérieurs si les feuilles sont plus épaisses Figure 16 (a) et (b).

Etant donné que les fibres d'Alfa sont toutes réparties parallèlement au sens longitudinal de la feuille, la force appliquée par le laminoir dans le sens transversale facilite l'élimination des liaisons entre les faisceaux sans les endommager. Durant le laminage, il a été constaté qu'une certaine quantité de poussière tombe après chaque passage des feuilles entre les cylindres. Cette poussière est sans doute formée de composants non-cellulosiques broyés suite au réarrangement des faisceaux. En répétant l'opération plusieurs fois de suite, les faisceaux se séparent continuellement (Figure 16 (c)).

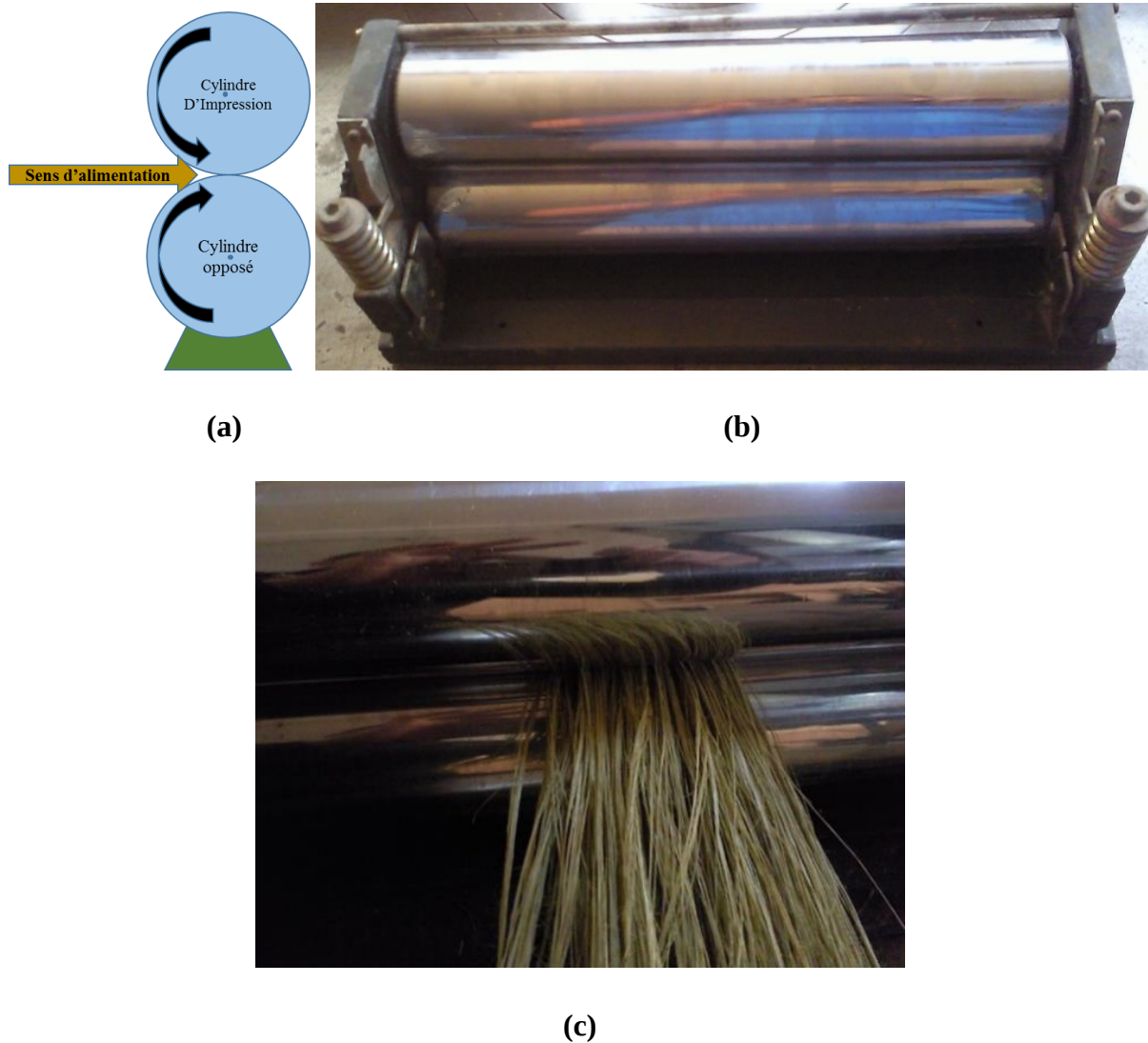


Figure. 16. Laminage (a) Principe du laminage, (b) le laminoir, (c) Feuilles d'Alfa après le laminage.

Afin d'analyser les changements morphologiques après le passage au laminoir, les feuilles d'Alfa sont observées avant et après cette opération mécanique. Pour cela, on utilise deux microscopes, l'un optique et l'autre électronique (MEB). Les images microscopiques des feuilles d'Alfa avant le passage dans le laminoir sont représentées sur la Figure 17 (a) et (b). Elles montrent clairement que les fibres sont collées entre elles, constituant ainsi la feuille. Après le passage dans le laminoir, les observations au microscope optique (Figure 17(c)) montrent que la feuille d'Alfa est séparée en plusieurs faisceaux de fibres, dont les diamètres varient de 70 à 230 μm . Cette disparité constatée sur les diamètres des faisceaux est liée à la constitution naturelle de la feuille d'Alfa (voir section II.2.2).

L'image du MEB (voir figure 18 (d)) montre que les faisceaux de fibres restent partiellement liés entre eux après le laminage. Pour obtenir des faisceaux de fibres unitaires, il faut utiliser un autre dispositif, tel que le peigne.

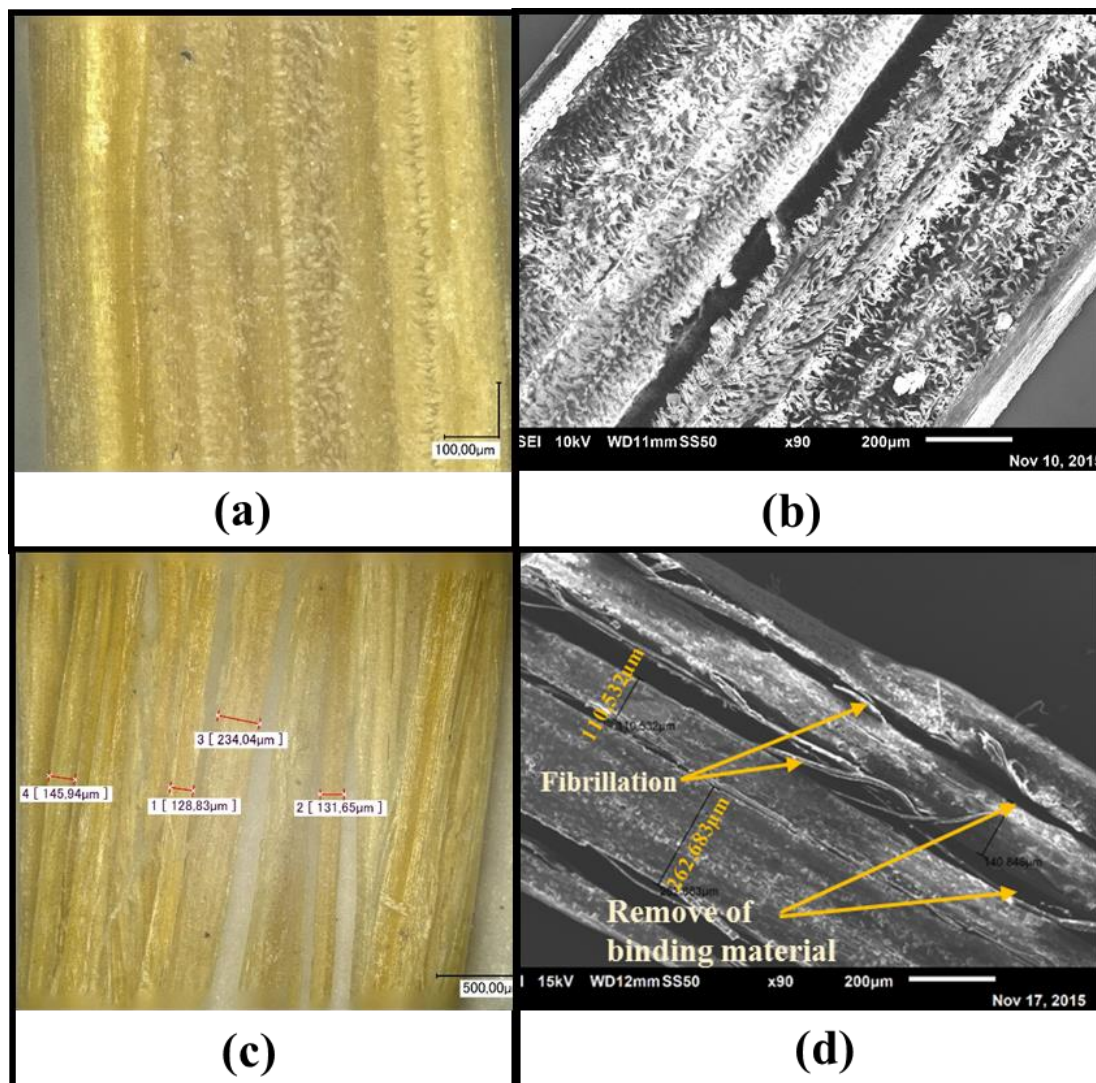


Figure. 17. Observations microscopique : (a) observation avec microscope optique sur la feuille, (b) observation avec le MEB sur la feuille, (c) observation avec microscope optique sur la feuille après laminage, (d) observation avec le MEB sur la feuille après laminage.

II.3.2.3. Le peignage

Cette opération est essentielle pour séparer les faisceaux de fibres unitaires des feuilles laminées. Il suffit de passer les feuilles laminées sur un peigne à dentures métalliques. Deux types de peignes ont été utilisés, le premier avec les dents écartées (voir schéma Figure 18 (a))

qui permettra de séparer les feuilles et d'orienter les fibres dans le sens longitudinal, et aussi d'enlever une quantité des fibres endommagées. Les dents du deuxième peigne sont très fines avec un faible écartement entre les dents (voir schéma sur la Figure 18 (b)). Les gros diamètres de faisceaux de fibres obtenus après le passage sur le premier peigne vont être réduits pour pouvoir passer à travers les dents du deuxième peigne. Le nombre de faisceaux de fibres augmentera alors. Il a été observé que les diamètres des faisceaux de fibres obtenus dépendent aussi des écarts entre les aiguilles du peigne. Le peigne recueille une poussière au fond et une certaine quantité de fibres cassées. La qualité finale des fibres dépend de l'opération du peignage mais dépendra beaucoup plus du type de traitement effectué sur les feuilles.

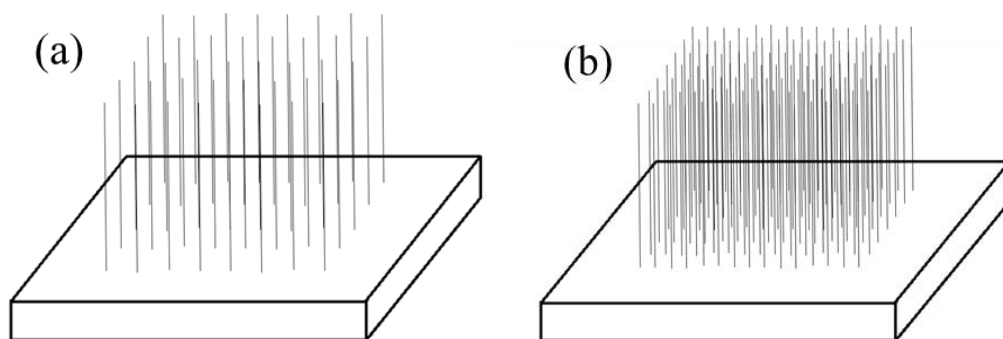


Figure. 18. Schéma du peigne : (a) peigne à denture écartée, (b) peigne à denture fin.

Notons que suite à l'efficacité constatée de la méthode mécanique pour la séparation des fibres traitées, et pour des raisons d'optimisation du traitement, une extraction mécanique sur les feuilles brutes sans aucun traitement est testée.

Les feuilles récoltées sont nettoyées ensuite séchées et les fibres sont extraites mécaniquement. Cependant, on a constaté qu'elles étaient très endommagées après l'extraction et qu'il était impossible d'obtenir des fibres unitaires longues. Donc, la tentative a été vouée à l'échec et le protocole abandonné.

II.3.3. Traitement chimique à la soude de NaOH (hydroxyde de sodium)

Les recherches bibliographiques [16,66,82,83] ont montré que l'action des alcools et des sels se sont avérées sans efficacité sur l'extraction des fibres d'Alfa. D'autres produits comme les

acides sont difficiles à mettre en œuvre à cause de l'agressivité sur les fibres. Alors que l'action d'un traitement alcalin représente la seule méthode chimique adéquate. Ce traitement consiste à dégrader les éléments non-cellulosiques dans la feuille et conserver les propriétés des fibres avec un faible impact sur l'environnement [83,84]. Dans cette partie, une mise au point du procédé d'extraction chimique par la soude de NaOH est présentée. Par la suite, une étude de l'influence de la concentration et du post-traitement sur les propriétés des fibres est exposée. Conformément aux protocoles suivis dans les travaux de recherche [85,86] et afin d'optimiser les paramètres du traitement alcalin pour garantir les meilleures performances des fibres, la durée du traitement (une durée de 24h) et la température (32°C) sont fixées, et le seul paramètre variable sera la concentration de NaOH. Pour cela, et comme le montre le schéma principal du traitement alcalin présenté dans la Figure 19, les feuilles d'Alfa préparées sont traitées avec un pourcentage variable de concentration de NaOH noté X (X= 3%, 9%, 10%, 11% et 14%). Les feuilles traitées ont été nettoyées plusieurs fois avec de l'eau distillée pour neutraliser les résidus de la solution de NaOH sur la surface de la feuille. Cependant, deux post-traitements différents sont rajoutés parallèlement sur deux lots de feuilles issues du premier traitement afin de compléter leur nettoyage. Les deux post-traitements en question sont :

- Post-traitement à l'eau distillée,
- Post-traitement à l'eau salée,

Pour les deux post-traitements, la durée est de 24h à une température de 18°C. Un nettoyage secondaire avec de l'eau distillé est appliqué sur les feuilles.

A l'instar des autres traitements, les feuilles obtenues après les post-traitements passent par l'extraction mécanique (laminage et le peignage). Les processus d'extraction des fibres sont représentés dans les points suivants :

1. **Résultat N°1:** Feuilles traitées avec X% de concentration de NaOH, suivie d'un post-traitement à l'eau distillée, puis nettoyées et séchées, ensuite les fibres sont extraites mécaniquement.
2. **Résultat N°2:** Feuilles traitées avec X% de concentration de NaOH, suivie d'un post-traitement à l'eau distillée, puis nettoyées, ensuite les fibres sont directement extraites mécaniquement (les feuilles sont mouillées).

3. **Résultat N°3:** Feuilles traitées avec X% de concentration de NaOH, suivie d'un post-traitement à l'eau salée, puis nettoyées avec de l'eau distillée et séchées, ensuite les fibres sont extraites mécaniquement.
4. **Résultat N°4:** Feuilles traitées avec X% de concentration de NaOH, suivie d'un post-traitement à l'eau salée, puis nettoyées avec de l'eau distillée, ensuite les fibres sont directement extraites mécaniquement (les feuilles sont mouillées).

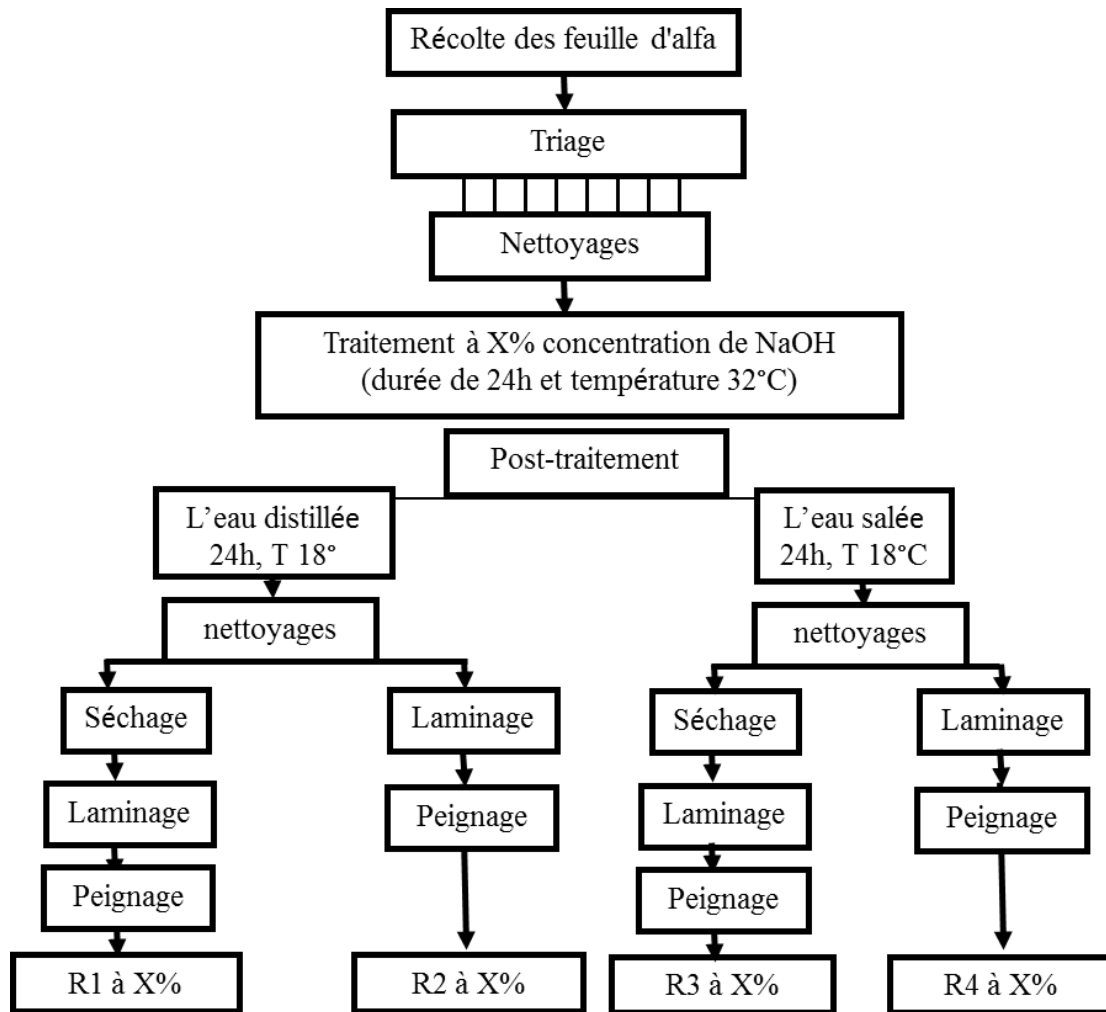


Figure. 19. Schéma principale du traitement alcalin.

Remarque : Les processus aboutissant aux résultats R2 et R4 (relatifs aux feuilles mouillées) ne sont pas pris en considération pour les raisons suivantes :

- extraction très difficile, surtout sur le peigne,
- les feuilles mouillées sont très malléables et fragiles et le laminage n'a aucun effet sur les feuilles.

- extraction des fibres à partir des feuilles séchées R1 et R3 est beaucoup plus facile, et donne des résultats satisfaisants. les fibres obtenues par le traitement alcalin sont devenues d'une couleur jaune (Figure 20).



Figure. 20. Fibres extraites à la soude de NaOH (chimiquement).

Les résultats des fibres traitées avec le procédé naturel et chimique sont présentés dans le Tableau 5.

Nomenclature	Type de traitement
Rouissage ED	Fibres traitée avec le rouissage à l'eau distillée.
Rouissage ES	Fibres traitée avec le rouissage à l'eau salée.
R1 à 3%	Fibres traitées à 3% de NaOH et post-traitement à l'eau distillée.
R1 à 9%	Fibres traitées à 9% de NaOH et post-traitement à l'eau distillée.
R1 à 10%	Fibres traitées à 10% de NaOH et post-traitement à l'eau distillée.
R1 à 11%	Fibres traitées à 11% de NaOH et post-traitement à l'eau distillée.
R1 à 14%	Fibres traitées à 14% de NaOH et post-traitement à l'eau distillée.

Tableau 5 : Nomenclature des résultats.

II.4. Caractérisation morphologique et mécanique des fibres

II.4.1. Etude de la morphologie des fibres

Le microscope électronique à balayage permettra de comprendre la morphologie des fibres, leur structure à l'échelle microscopique, et d'observer l'effet de chaque traitement sur la surface de la fibre comme la porosité et la rugosité. Le microscope (MEB) utilisé est très sophistiqué car il permet de réaliser des observations sur des éléments très variés dont les éléments biologiques

tels que les fibres naturelles (échantillons non conducteur). Les échantillons de fibres sont insérés directement dans le microscope sans métallisation à l'inverse des autres MEB traditionnels.

Les échantillons de fibres à analyser ont été collectés à travers plusieurs lots de fibres à l'issue de chaque traitement. Plusieurs tensions de bombardement électronique ont été utilisées. Il a été constaté que les images sont très claires avec des tensions entre 10KV et 20KV. Au-delà, les fibres sont endommagées.

La Figure 21 montre les différentes observations sur une partie de fibres obtenues pour chaque traitement utilisé. En général, les faisceaux de fibres sont composés de plusieurs micro-fibrilles rassemblées formant une fibre principale.

1. Les Figure 21 (a) et Figure 21 (b) sont relatives à des observations microscopiques sur des fibres extraites par rouissage à l'eau distillée et à l'eau salée respectivement.

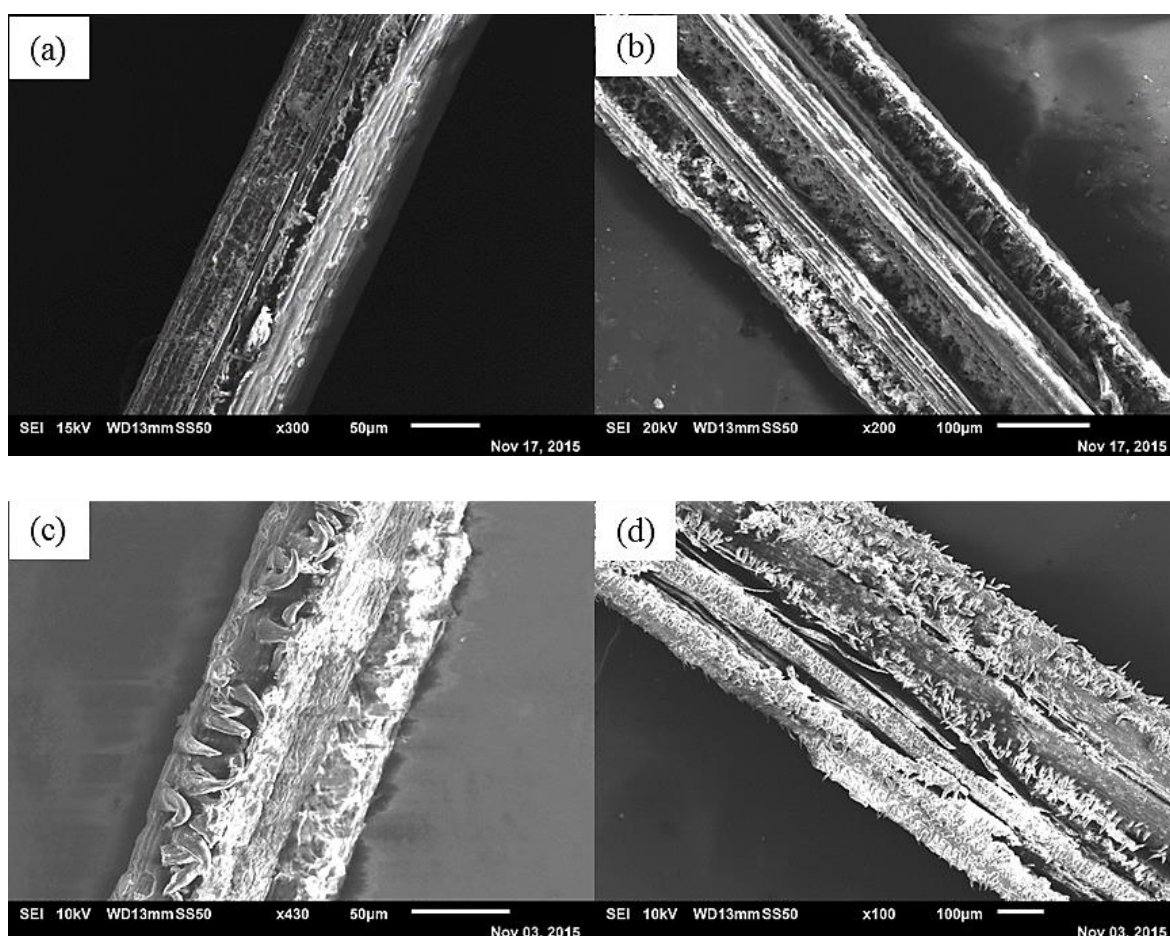
L'examen de la fibre issue de la première extraction au rouissage à l'eau distillée montre que la surface extérieure du faisceau de fibre est couverte d'une couche de cuticules. Cette couche d'impureté est sans doute de la lignine, des pectines et des hémicelluloses, présentes en faibles quantités maintient la structure et couvre les micro-fibrilles. Les faisceaux de fibres obtenus après le rouissage à l'eau distillée sont unitaires avec une surface de forme circulaire. Par contre, le composant trichome qui couvre toute la surface de la feuille et des faisceaux fibreux (voir la section II.2.2.) est vraiment invisible. Les observations sur la fibre traitée avec le rouissage à l'eau salée montrent que la fibre principale contient trois faisceaux collés entre eux et ayant une surface très rugueuse. Cela montre que le traitement à l'eau salée rompt partiellement les liaisons entre les faisceaux de la fibre principale.

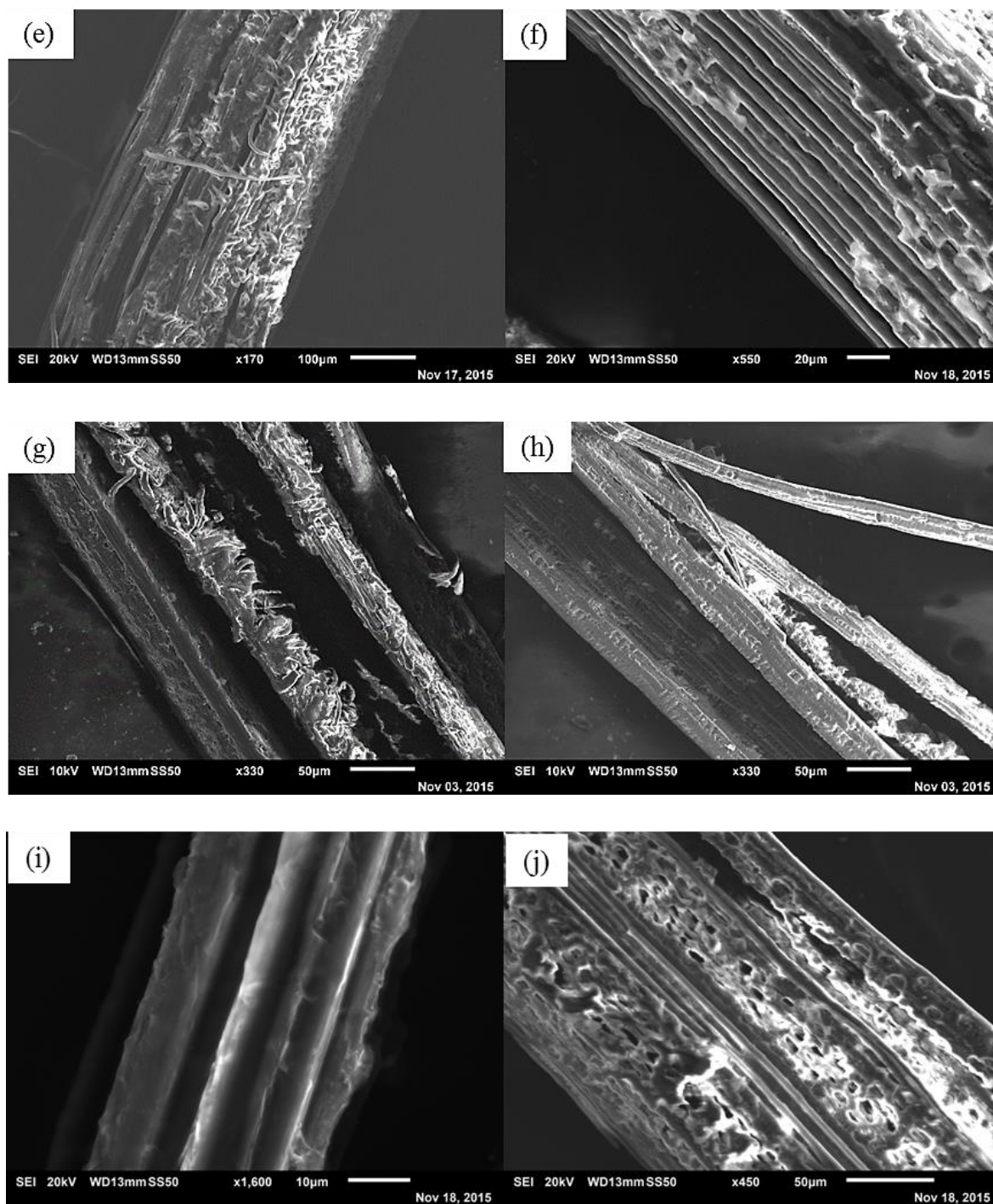
2. Les Figure 21 (c) et Figure 21 (d) sont relatives à des observations microscopiques sur des fibres extraites par le processus R1 à 3% de NaOH et R3 à 3% de NaOH respectivement.

L'examen de la fibre issue (du R1 à 3% de NaOH) montre que la surface de celle-ci est presque identique à celle des fibres brutes. Cette extraction à faible concentration de NaOH consiste simplement à éliminer une certaine quantité des composants non cellulodiques permettant la séparation des faisceaux. Un changement morphologique important suite au processus R3 à 3% de NaOH a été observée. En effet, les fibres principales sont séparées en plusieurs faisceaux collées avec des diamètres différents et

la forme de la surface est très rugueuse. Une pilosité des micro-fibrilles sur ces faisceaux est observée.

3. Les Figure 21 (e), (g), (i) et (k) représentent les observations microscopiques sur des fibres extraites par le processus R1 à 9%, 10%, 11% et 14% de NaOH respectivement. Par contre les Figure 21 (f), (h), (j) et (l) représentent les observations microscopiques sur des fibres extraites par le processus R3 à 9%, 10%, 11% et 14% de NaOH respectivement. D'une manière globale, que ce soit pour le processus R1 ou R3, la surface devient de plus en plus propre (disparition des impuretés de composants non cellulosiques) et les diamètres des fibres principales diminuent avec l'augmentation de la concentration de NaOH. Quant aux faisceaux, ils sont plus nombreux, ayant des surfaces cylindriques et collés les uns aux autres malgré la disparition d'une grande partie des composants non cellulosiques. Cependant, il faut noter que les fibres traitées avec une concentration de 14% de NaOH ont été sévèrement affectées morphologiquement. Les formes des micro-fibrilles sont devenue semblables à celles des bambous secs et contenant des nœuds comme le montre la Figure 21 (l).





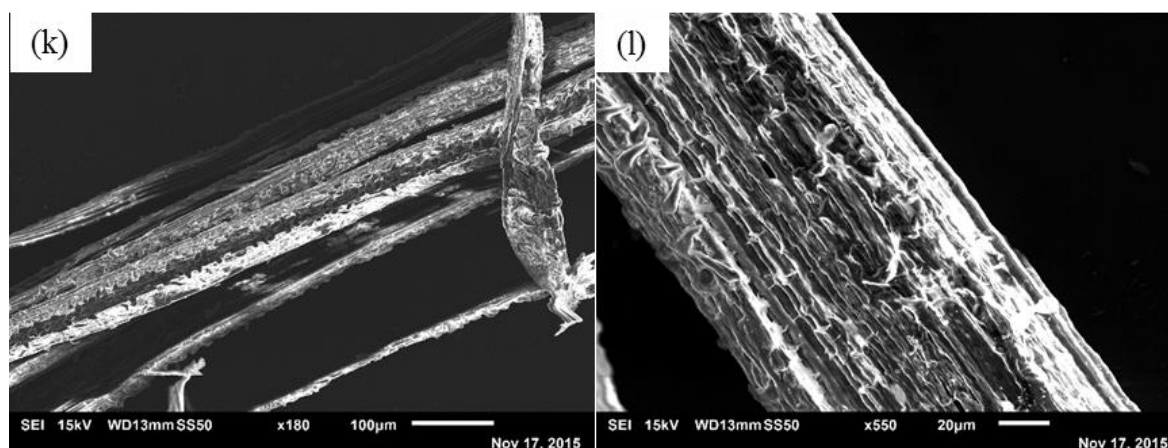


Figure. 21. Observation par MEB de (a) rouissage à l'eau distillé, (b) rouissage à l'eau sale, (c) fibres R1 à 3% NaOH, (d) fibres R3 à 9% NaOH, (e) fibres R1 à 9% NaOH, (f) fibres R3 à 9% NaOH, (g) fibres R1 à 10% NaOH, (h) fibres R3 à 10% NaOH, (i) fibres R1 à 11% NaOH, (j) fibres R3 à 11% NaOH, (k) fibres R1 à 14% NaOH, (l) fibres R3 à 14% NaOH.

II.4.2. Propriétés mécaniques des fibres en traction

Il est très important de connaître les propriétés mécaniques de chacune des fibres obtenues avec les différents traitements. Ceci, afin d'être en mesure d'exploiter les meilleures fibres et leurs potentiels les plus élevés. Une étude de l'effet du traitement sur les propriétés en traction des fibres d'Alfa a été faite, ainsi que la relation morphologie-propriété mécanique en traction.

II.4.2.1. Préparation de l'échantillon

Pour caractériser mécaniquement les fibres en traction, on découpe un cadre en carton (papier épais) pour la mise en place de l'échantillon sur la machine. Cette méthode est très utilisée pour la caractérisation des fibres naturelle suivant la norme de traction des fibres unitaires ASTM 3379-75 [87]. La fibre est choisie aléatoirement du lot, puis collée sur le carton en utilisant un adhésif approprié. La longueur utile du test est 40mm (voir Figure 22). Avant de procéder à l'essai de traction, des mesures du diamètre de la fibre est faite avec le microscope optique pour les introduire dans la machine de traction.

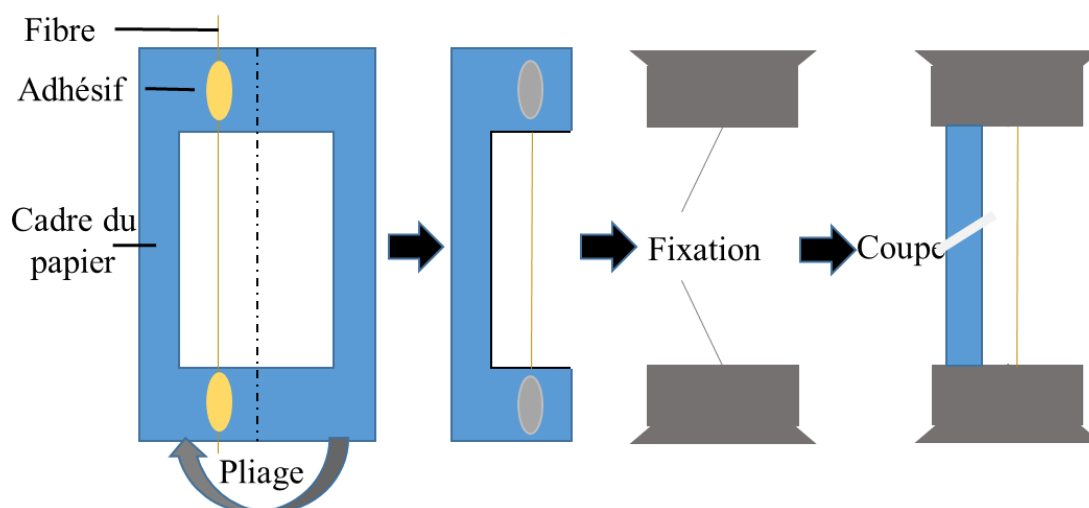


Figure. 22. Préparation de l'échantillon.

II.4.2.2. Mesure de diamètre des fibres

La méthode de mesure de diamètre des fibres utilisée consiste à évaluer le diamètre moyen déduit statistiquement. Les dimensions des fibres d'Alfa (longueur et diamètre) sont des caractéristiques fondamentales déterminantes pour l'obtention des caractéristiques mécaniques.

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un microscope optique très performant de marque KEYENCE VHX-10000. Les fibres sont placées sur le porte échantillon de la table mobile du microscope. Huit points de mesure du diamètre sont effectués sur la partie effective de l'échantillon (longueur utile) à travers lesquels le diamètre moyen est calculé.

La mesure se fait sur plusieurs parties de la fibre (voir Figure 23). Une projection de la fibre sur l'écran du microscope avec une possibilité de faire des agrandissements permet de prendre les mesures de diamètres.

Le diamètre moyen est calculé à partir de 8 mesures prises tous les 5 mm le long de la longueur utile de la fibre. Dans le cas où les fibres contiennent plusieurs faisceaux comme montrer sur les images du MEB (section II.4.1), ou bien des dispersions de mesure dépassant les 50%, ses échantillons sont écartés. Le paramètre « diamètre » dépend énormément du traitement effectué. En ce qui concerne le traitement chimique, le diamètre est inversement proportionnel à l'augmentation de la concentration de la soude de NaOH.

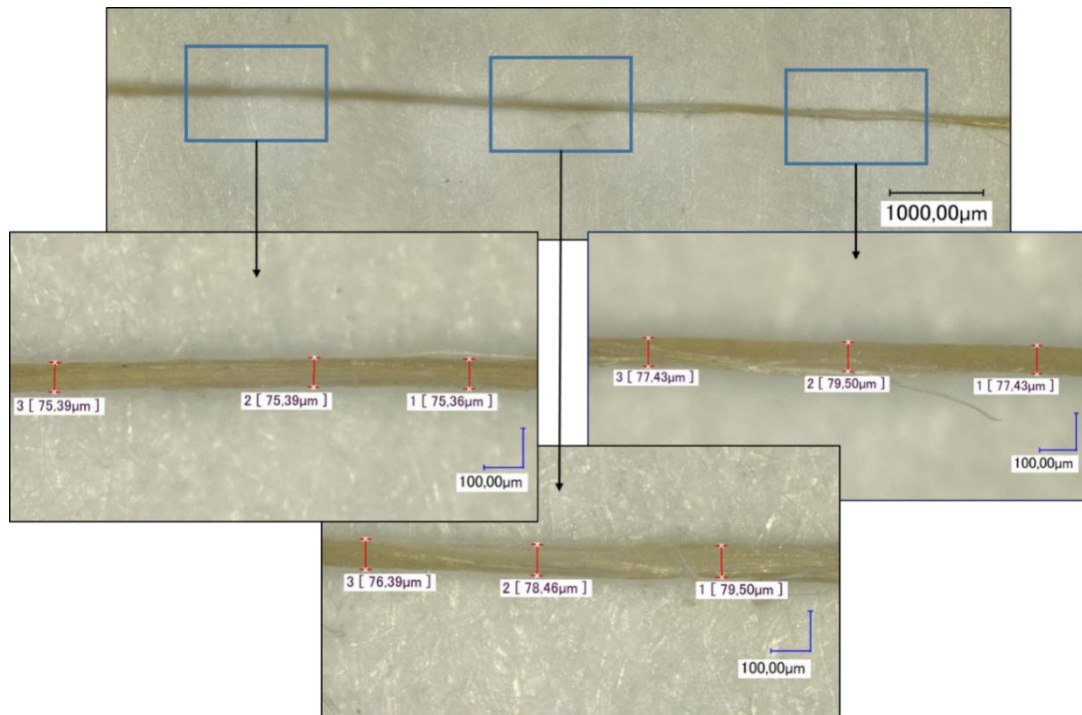


Figure. 23. Mesure de diamètre de fibre.

Le tableau 5 montre la variation du diamètre moyen des fibres obtenues avec différents procédés d'extraction.

Type de traitement	Diamètre (µm)
Rouissage à l'eau distillée	150 ±50
R1 à 3% de NaOH	150 ±50
R1 à 9% de NaOH	145 ±35
R1 à 10% de NaOH	90 ±20
R1 à 11% de NaOH	83 ±15
R1 à 14% de NaOH	70 ±15

Tableau 6 : Diamètres moyens des fibres.

Sur le même lot, les mesures sur 18 échantillons sont effectuées. Les fibres extraites avec le procédé de rouissage à l'eau distillée ont un diamètre moyen qui varie entre 100 µm et 200 µm c'est-à-dire 150 ± 50 µm pour la totalité des mesures sur les fibres. Sur une seule fibre la variation de diamètre est très faible le long de la longueur utile.

Les fibres R1 à 3% de NaOH ont un diamètre approximativement égal au diamètre des fibres extraites avec le rouissage à l'eau distillée ($150 \pm 50 \mu\text{m}$). Par contre, les fibres R1 à 9% de NaOH présentent un diamètre moyen égal à $145 \pm 35 \mu\text{m}$. Le diamètre moyen des fibres R1 à 10% et 11% de NaOH est égale à $90 \pm 20 \mu\text{m}$ et $83 \pm 15 \mu\text{m}$ respectivement. Les fibres R1 à 14% de NaOH présentent des diamètres de $75 \pm 15 \mu\text{m}$ ce qui représente presque la moitié du diamètre moyen des fibres R1 à 9% de NaOH.

Les tests mécaniques de traction montreront les effets de la morphologie et du diamètre sur les résultats des propriétés de la fibre en traction.

II.4.2.3. Test de traction des fibres

Les échantillons de fibres d'Alfa préparés sont testés sur une machine de traction de marque INSTRON avec une capacité de chargement de 50 KN (voir Figure 24). Les échantillons de fibres sont installés sur la machine de traction de façon à assurer l'alignement de la fibre avec l'axe de déplacement des mors (Figure 24 (a)). Une fois les échantillons installés, la partie restante du papier est coupée et les tests sont lancés pour soumettre la fibre à un chargement de traction (Figure 24 (b)). Pour chaque type de traitement mentionné dans le Tableau 6, 18 échantillons de fibres ont été testés. Lors des essais sur les échantillons, la rupture des fibres a eu lieu sur la partie utile, ce qui dénote l'absence des effets de concentration sur les extrémités serrées par les mors (Figure 24 (c)).

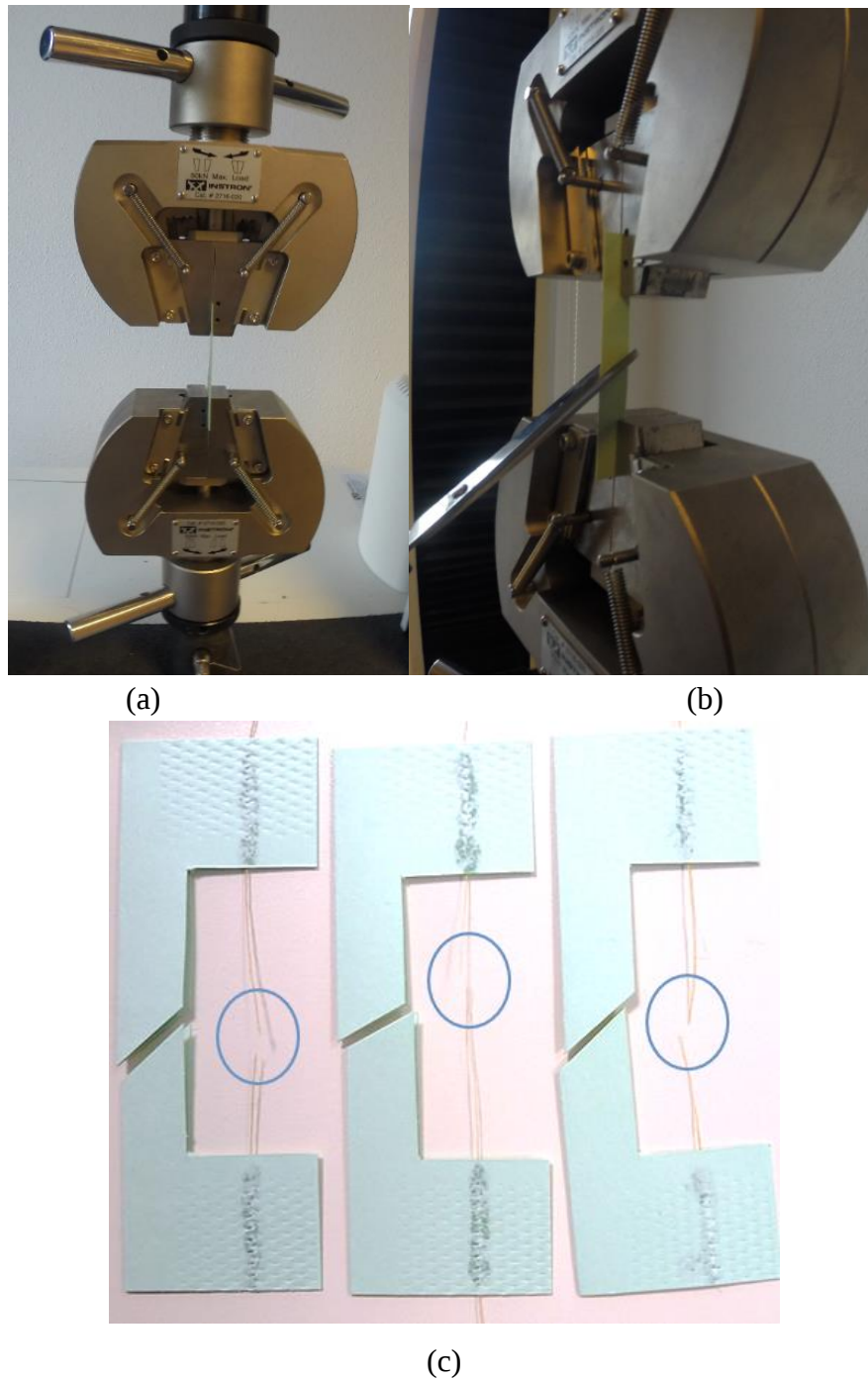


Figure. 24. (a) Installation de l'échantillon, (b) Coupe du papier, (c) Rupture des échantillons après l'essai de traction.

La vitesse de l'essai ou bien la vitesse de déplacement des mors de la machine est fixé à 1mm/min selon la norme de traction ASTM D3379-75 [87]. La fréquence d'acquisition des données est programmée pour chaque 60 ms. Cela va permettre d'obtenir plus de 500 points de mesure pour l'observation de l'allongement de la fibre en fonction l'évolution du chargement.

(a) Test de traction des fibres traitées à l'eau salée

Les courbes de la Figure 25 illustrent l'évolution de la contrainte à la traction de 12 fibres traitées avec rouissage à l'eau salée en fonction l'allongement (fibres non retenues). Sur les 18 tests programmés, 6 tests n'étaient pas concluants pour diverses raisons (problème de mauvais collage des fibres sur le cadre du papier principalement). L'allure des courbes montre clairement qu'il n'y a pas d'endommagement avant la rupture finale. Celle-ci survient brutalement. La dispersion des résultats des contraintes à la rupture est due principalement à la méthode d'extraction comme mentionné précédemment. La morphologie des fibres traitées à l'eau salée, le nombre de faisceaux et l'état de surface influencent les propriétés en traction des fibres. Cependant, les résultats des essais réalisés ne sont pas identiques d'une fibre à l'autre, ce qui démontre une grande dispersion concernant la rigidité des fibres aussi issues de ce procédé d'extraction.

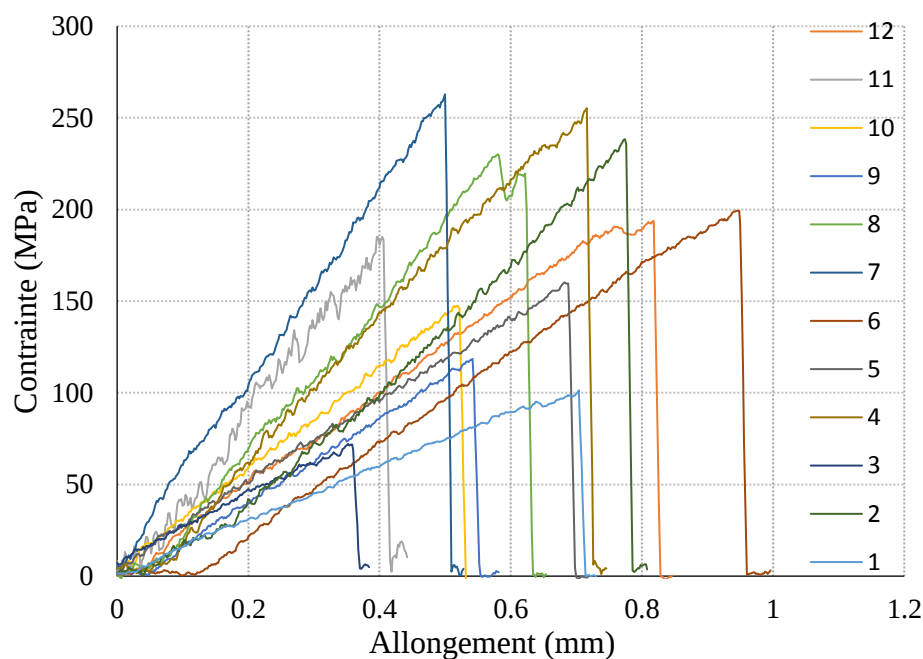


Figure. 25. Essais de traction des fibres rouies à l'eau salée.

Le comportement de la fibre est de type élastique fragile. Les valeurs de la contrainte à la rupture varient entre 65MPa et 250MPa et les valeurs des allongements à la rupture varient entre 0.95mm et 0.35mm. Cette variabilité est due à plusieurs facteurs :

- Différence des orientations des micro-fibrilles dans les faisceaux. En effet, dès le début du test, les micro-fibrilles commencent à se réorienter progressivement pour s'aligner avec l'axe de la traction.
- Nombre des faisceaux : comme la majorité des fibres sont composées de deux ou trois faisceaux collés ensemble, le chargement appliqué sollicitera un seul faisceau à la fois du moment qu'ils ont des longueurs différentes. Le transfert de charge s'effectuera progressivement de l'un à l'autre. Ceci explique partiellement la dispersion des résultats.
- Etat morphologique des fibres après les traitements à l'eau salée (voir le paragraphe II.4.1).

(b) Test de traction des fibres R1 à 3, 9, 10, 11 et 14%

Les essais de traction effectués sur les fibres R1 à 3% sont au nombre de 18. La Figure 26 montre les courbes de traction obtenues. On remarque qu'avec ce traitement, toutes les courbes sont presque identiques.

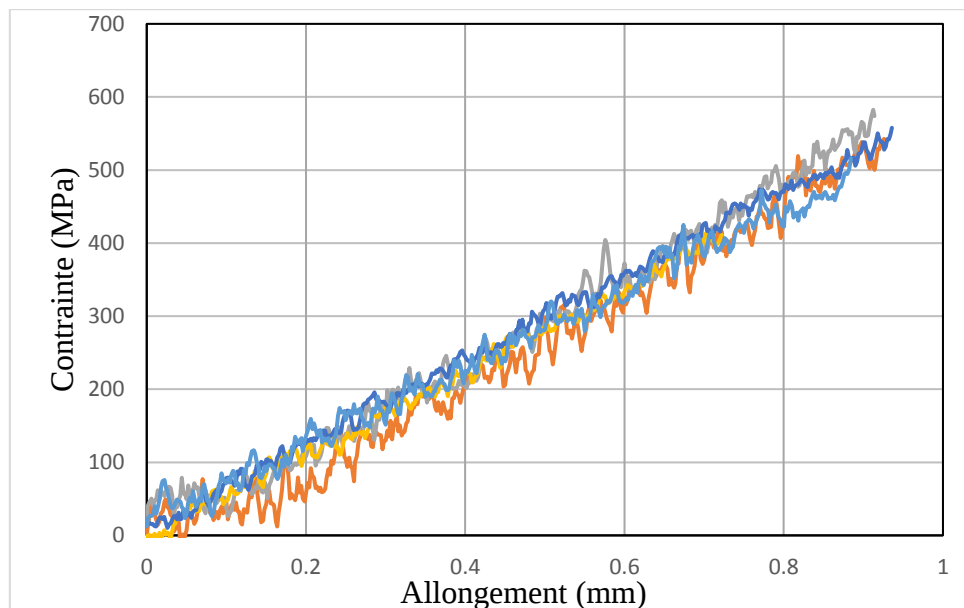


Figure. 26. Courbe de traction.

Pour les autres tests correspondant aux traitements R1 à 9, 10, 11 et 14%, les résultats obtenus sont portés sur la Figure 27. La figure présente aussi une comparaison avec le résultat relatif au traitement basé sur le rouissage à l'eau distillée.

Les valeurs de la résistance à la traction, les allongements et les modules de Young sont très différentes pour les traitements utilisés (Tableau 6). Ainsi, les fibres R1 à 10% présentent les meilleures propriétés par rapport aux autres traitements.

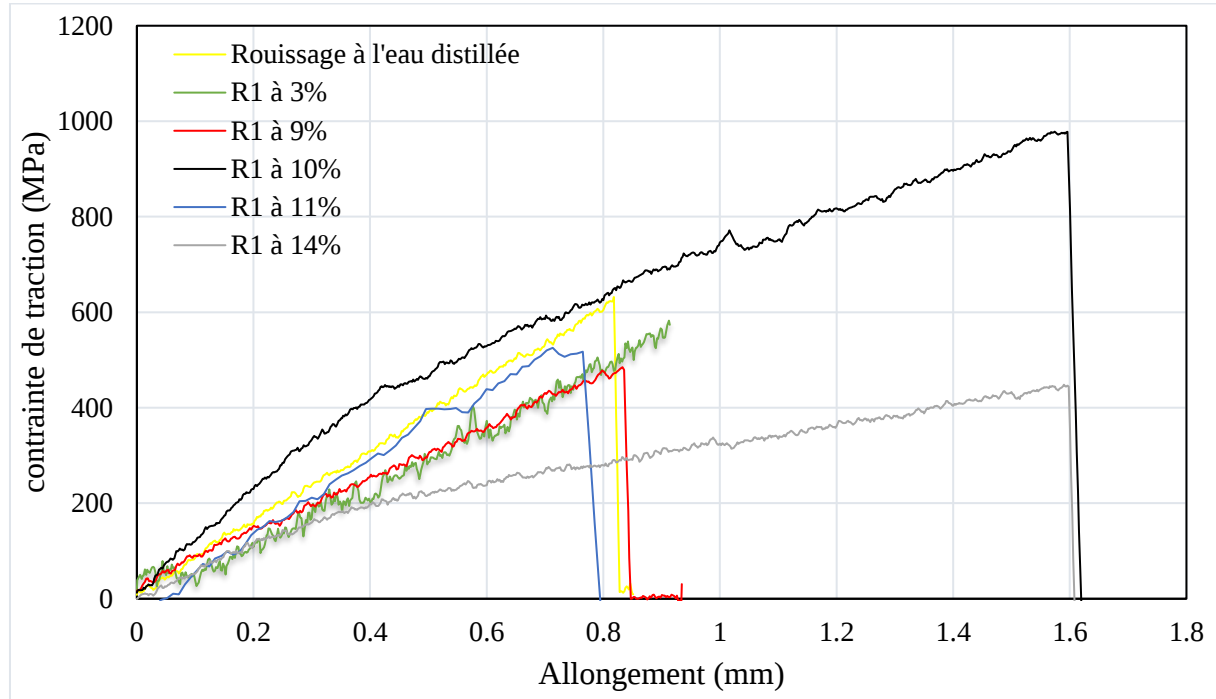


Figure. 27. Contrainte à la rupture en fonction de l'allongement.

	Module de Young (MPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Allongement (mm)
Rouissage ED	32896	628	0.816
R1 à 3%	21524	547	0.905
R1 à 9%	21660	479	1.012
R1 à 10%	41826	976	1.591
R1 à 11%	32070	517	1.580
R1 à 14%	21526	444	1.600

Tableau 7 : Valeurs des propriétés mécaniques en traction.

D'après le Tableau 7, les meilleures propriétés mécaniques (contrainte à la rupture 976MPa et module de Young 41826MPa) sont celles des fibres R1 à 10%. Pour situer ces propriétés, une comparaison des propriétés est faite avec d'autres fibres utilisées dans le domaine des composites. Le Tableau 8 illustre cette comparaison.

	Diamètre des fibres (μm)	Contrainte à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Fibres d'Alfa (présent travail)	75$\pm$ 12	976.34$\pm$ 156	41.82$\pm$ 1.9	3.5$\pm$ 1
Fibres d'Alfa [15]	50	247 $\pm$ 60	21.5 $\pm$ 3.3	1.96 $\pm$ 0.46
Fibres d'Alfa [42]	80	565	22	1.6
Kenaf [88]	67.6 $\pm$ 13.7	860 $\pm$ 119	46 $\pm$ 12	1.9 $\pm$ 0.3
Sisal [31]	240 $\pm$ 27	462 $\pm$ 71	7.47 $\pm$ 1.37	7.83 $\pm$ 1.25
Fibre de verre calasse E [89]	17.9 $\pm$ 1.9	1765 $\pm$ 432	70.3 $\pm$ 5.8	2.5 $\pm$ 1.0

Tableau 8 : Comparaison des propriétés mécanique de différentes fibres naturelles.

D'après le Tableau 8, les propriétés mécaniques en traction de la fibre d'Alfa R1 à 10% du présent travail sont nettement meilleures que celle des fibres d'Alfa extraites chimiquement à 10% de concentration de NaOH par [15] et [42]. Cela démontre l'effet du post-traitement mécanique que nous avons introduit dans le protocole sur l'amélioration des propriétés mécaniques.

II.5. Conclusion de la première partie

Les analyses microscopiques avec le MEB et le microscope optique ont permis de montrer le rôle des différents types de traitements sur les feuilles d'Alfa. On retient les points suivants :

- Les protocoles utilisant les traitements et les post-traitements à l'eau salée sont écartés en raison des mauvais résultats obtenus.
- La qualité des fibres dépend à la fois de la méthode d'extraction, du type de post-traitement et de l'extraction mécanique. Le laminage sépare facilement les fibres en plusieurs faisceaux de diamètres approximativement égaux.
- Les caractéristiques mécaniques des fibres principales composées d'un seul faisceau de micro-fibrilles (Figure 28 (a)) sont meilleures que celles des fibres composées de plusieurs faisceaux (Figure 28, configurations (c) et (d)). Le troisième cas de la Figure 26 (c), représente un mélange entre le premier cas et le deuxième. La résistance globale dépendra de la résistance du faisceau des fibres et la résistance des liaisons des parois

cellulaires. Le quatrième cas Figure 26 (d), la résistance de la fibre dépendra de la résistance des liaisons des parois cellulaires des différents faisceaux de micro-fibrilles.

- Le traitement avec le procédé naturel (rouissage à l'eau distillée) donne un résultat satisfaisant et respecte l'environnement en comparaison avec les traitements alcalin (à 9%, 11% et 14% concentration de NaOH).
- Cependant, le traitement alcalin à 10% de concentration de NaOH est le traitement optimal et donne les meilleurs résultats des propriétés mécaniques en traction (Contrainte à la rupture 976MPa et module de Young 41GPa). Les observations microscopiques ont montré que suite à un traitement alcalin à 10% de concentration, on est plutôt dans la configuration de la figure 28 (a). C'est le cas le plus recherché pour assurer une bonne résistance des micro-fibrilles en traction.

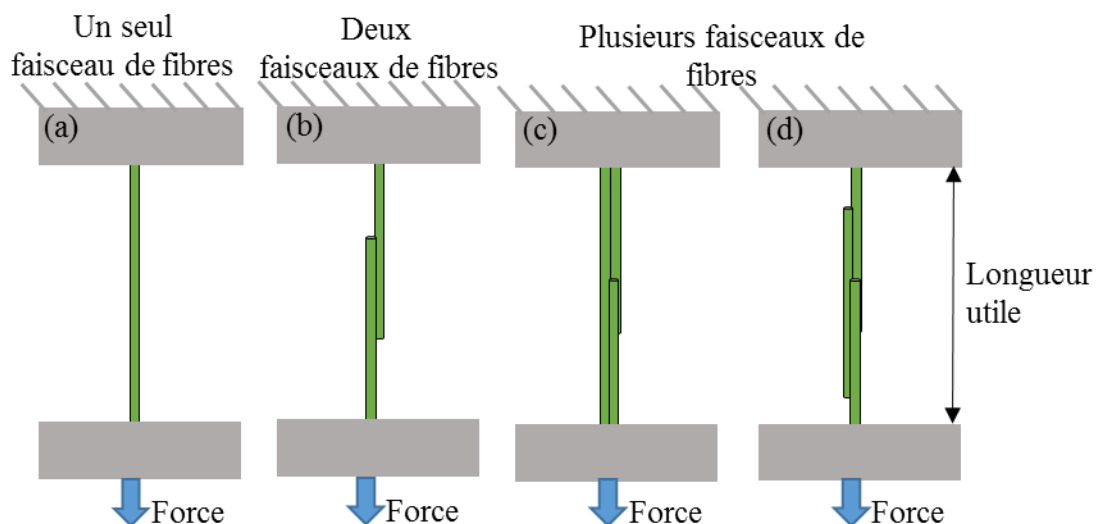


Figure. 28. Différents types de sollicitation sur les faisceaux fibreux.

- Pour les autres traitements (rouissage à l'eau distillée et traitement alcalin avec les autres concentrations de NaOH, c'est à dire 3, 9, 11 et 14%, on se trouve dans les configurations des Figures 28 (b) et (c)). Le cas de la Figure 26 (b), la contrainte à la rupture de la fibre dépendra de la résistance de la liaison de la paroi cellulaire des faisceaux de la fibre. Les deux faisceaux de fibres ne sont pas chargés sur les deux extrémités.

Partie 2

Chapitre III : Les matériaux composites

III.1. Introduction

Au cours des dernières années, il y a eu un important intérêt de l'utilisation des fibres naturelles comme renfort pour les matériaux composites vu les préoccupations environnementales et les coûts. Or, l'utilisation des fibres naturelles comme renfort pour les composites n'est pas nouveau. En effet, avant l'arrivée des fibres synthétiques, notamment les fibres de verre, les fibres d'origine naturelles à la fois végétales et minérales étaient le seul renfort disponible pour les matériaux composites anciens (pailles et argile par exemple).

Comme l'indique le terme, le matériau composite révèle un matériau hétérogène constitué de différents composants : des fibres solides continues ou non-continues renforçant une matrice. Le rôle de cette dernière est de répartir les fibres et leur transmettre la charge. La liaison entre les fibres et la matrice est créée lors de la phase de fabrication du matériau composite. Cette liaison a une influence essentielle sur les propriétés mécaniques du matériau composite.

Les principaux inconvénients de l'utilisation des fibres naturelles pour la fabrication des matériaux écologiques sont la mauvaise compatibilité entre fibres/matrices et leur sensibilité à l'humidité (absorption élevée). Les traitements d'extraction des fibres naturelles mis au point et décrits dans le chapitre précédent améliorent leur adhérence avec les différents types de matrices. L'efficacité du transfert de contrainte de la matrice à la fibre pourrait être réduite en raison d'une interface faible.

Le but de ce chapitre est de passer brièvement en revue les principaux matériaux utilisés dans la fabrication des matériaux composites, les méthodes d'élaboration, les méthodes de calcul des propriétés à partir des propriétés des constituants, et enfin leur usinabilité notamment les composites à fibres naturelles.

III.2. Les constituants des matériaux composites

Les matériaux composites sont constitués d'un mélange de deux ou plusieurs phases distinctes non miscibles à l'échelle microstructural. En fait, l'appellation composite ou matériau composite est utilisée dans le sens restrictif. Généralement, la matrice et le renforcement sont les deux principaux constituants d'un matériau composite, mais d'autres matériaux tels que les additifs peuvent également être inclus. La matrice est la majeure partie, phase continue et elle

peut être métallique, céramique ou matériau polymère. Le renfort est noyé dans la matrice afin d'améliorer ses propriétés en conférant la résistance et la rigidité.

III.2.1. Les divers types de résines

La forme des composites, l'aspect de surface, la tolérance environnementale et la durabilité globale sont dominées par la matrice tandis que le renfort fibreux porte la plupart des charges structurales, fournissant ainsi une rigidité macroscopique et résistance. La plupart des résines sont des polymères. Le marché des polymères est dominé par les produits de base des matières plastiques, dont plus de 80% de la consommation est basée sur des ressources pétrolières non renouvelables.

Les gouvernements, les scientifiques et les industriels sont poussés à trouver une matrice alternative à la matrice classique dérivée du pétrole à travers des recherches, mais aussi la sensibilisation du public de l'impact de ces produits sur l'environnement, les ressources limitées et les changements climatiques.

Dans ce contexte, les plastiques biologiques se composant de ressources renouvelables ont été développées ces dernières années dans la perspective de remplacer les matières plastiques à base de pétrole. Parmi les plastiques biologiques, les résines les plus employées actuellement dans la mise en œuvre des matériaux composites sont les résines thermodurcissables, du fait de leurs caractéristiques élevées. Cependant, l'amélioration des caractéristiques mécaniques des résines thermoplastiques conduit à une utilisation qui ne cesse de croître dans le domaine mécanique.

III.2.1.1. Les résines thermodurcissables

Parmi les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites, on trouve les résines polyester insaturées : vinylesters, allyliques et polyesters condensés. Pour le deuxième type, ce sont des résines de condensation comme les résines phénoliques, furaniques et aminoplastes. Le troisième type est les résines époxydes caractérisées par leurs résistances à l'absorption de l'humidité.

III.2.1.2. Les résines thermoplastiques

La résine thermoplastique appartient à la vaste famille des plastiques. La mise en œuvre du plastique est soit par extrusion pour la fabrication des plaques, des profilés, des tubes ou des films, soit par injection pour les objets moulés. Les composites de plastique technique sont généralement élaborés par le procédé d'injection.

Les résines thermoplastiques les plus utilisées sont : le polypropylène, le polyamide, le PVC et le polycarbonate. Les intérêts d'utilisation du plastique sont la disponibilité, le faible coût et la facilité du procédé de fabrication (extrusion, injection). Cependant, le faible coût est lié à leurs faibles propriétés mécaniques et thermomécaniques. Ces divers thermoplastiques peuvent être utilisés dans les composites renforcés par des fibres naturelles.

III.2.1.3. Les résines thermostables

Les résines thermostables peuvent être distinguées des autres résines citées précédemment par leurs performances thermomécaniques. Ces matériaux conservent leurs propriétés mécaniques pour des températures supérieures à 200°C. Le développement des résines thermostables se fait surtout dans le domaine de l'aviation et de l'espace où les résines Polyimides et Bismaléimides sont les plus utilisées. La température d'élaboration du matériau à base des résines Bismaléimides est de 180 à 200°C. Les matériaux à base de résines Polyimides sont à haute résistance thermique, mais avec un prix très élevé.

III.2.2. Les additifs

Les additifs se présentent en faible quantité pour faciliter les interventions comme :

- Les agents de démoulage : ont pour objet de faciliter le façonnage et réduire la tendance d'adhérence aux moules.
- Les colorants et pigments : ce sont des produits insolubles présent sous forme de paillettes ou poudres.
- L'anti-retrait ou agent de fluage : il est nécessaire d'ajouter des produits spécifiques anti-retrait pour améliorer l'état de surface et diminuer les défauts (microfissures).
- Les agents additifs et de couplage : ont pour objet d'améliorer la cohésion inter-faciales entre la fibre et la matrice, comme pour l'exemple des fibres naturelles [90].

III.2.3. Les renforts

La forme de renforcement pourrait être des fibres continues, des fibres courtes, des particules, ou des moustaches. Le matériau de renfort peut être métallique, en céramique ou organique. Le matériau résultant présente des propriétés différentes à celles des constituants pris individuellement. En fonction de la forme et de la fraction volumique de la phase de renforcement, le matériau composite peut avoir des propriétés isotropes, quasi-isotropes, ou anisotropes.

Les fibres sont constituées de milliers de filaments, chaque filament ayant un diamètre compris entre 5 et 15 micromètres, ce qui leur permet d'être reproductibles à l'aide de machines textiles. Par exemple, dans le cas de fibres de verre, on peut obtenir deux produits homogènes comme le montre la Figure 29. Ces fibres sont vendues sous les formes suivantes :

- Fibres courtes, dont la longueur est de quelques centimètres ou de quelques fractions de millimètres des nattes et des fibres courtes utilisées dans le moulage par injection.
- Fibres longues, qui sont coupées pendant le temps de fabrication du matériau composite, on les utilise tel quel ou tissé.

Les principales fibres utilisées dans les matériaux composites :

- **Fibres de verre** : ce sont les fibres les plus couramment utilisées. Elles représentent 99% du marché. Il existe trois nuances de fibre de verres de classe E, utilisée dans l'usage courant, classe D présentant des bonnes propriétés diélectriques, utilisée surtout pour les circuits imprimés et classe R qui ont une haute résistance mécanique.
- **Fibres de carbones** : sont très coûteuses mais offrent des propriétés mécaniques supérieures aux fibres de verre en termes de résistance mécanique et de module d'élasticité. L'utilisation de ces fibres est limitée pour des applications où la résistance et le poids sont les facteurs les plus importants tels que l'aéronautique ou même le domaine d'automobile (voiture de course, et véhicule haute gamme).
- **Fibres organique** : il en existe une multitude de fibres organiques (polyamide 6-6, polyester, nomex, aramide, zylon, dyneema...), la plus utilisée étant la fibre d'aramide souvent appelée Kevlar.

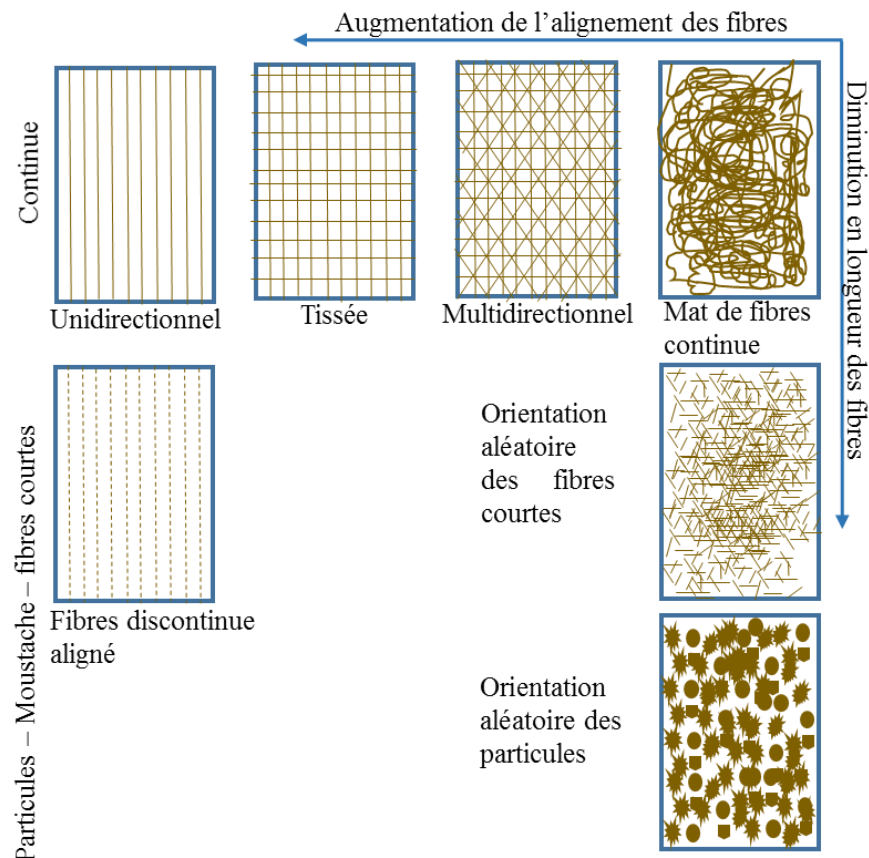


Figure. 29. Schéma des différentes formes de fibres de renforcements dans les composites.

Bien que les composites renforcés de fibres artificielles, il existe aussi des composites à renforts naturels. Les composites renforcés de fibres naturelles ou bien les bio-composites ont considérablement évolué au cours des dernières années en raison de leur faible coût, faible densité, biodégradabilité, et une résistance spécifique élevée.

III.2.3.1. Interface fibre matrice

L'adhérence inter-faciale fibres/matrice reste toujours un problème majeur. Des recherches de la littérature montrent l'importance de l'interface et l'influence de l'état de surface des fibres sur les propriétés physiques et mécaniques des bio-composites. Les objectifs tendent à améliorer la qualité de l'interface fibre/matrice. Plusieurs techniques sont utilisées et testées pour y parvenir. On citera :

- Un traitement des fibres : il a été montré que le traitement par du maléate et de silane est un procédé de choix en raison de résultats bénéfiques. On a vu aussi précédemment

(chapitre 1) que l'utilisation du traitement enzymatique modifie favorablement la surface des fibres naturelles, ce qui améliore ainsi l'interface tout en respectant l'environnement. La technologie de l'enzyme pourrait être rentable dans le futur, sauf que pour le moment elle est chère et les enzymes sont rares [65][91].

- Un traitement apporté à la matrice : aujourd'hui, des additifs permettent d'améliorer les qualités des interfaces avec des quantités plus élevées d'anhydride « groupes fonctionnels » par rapport aux années précédentes (les années 80 et 90) en créant plus de liens chimiques. D'autre part, en utilisant des agents de couplage, l'absorption d'eau du composites se réduit, mais à long terme leurs performances diminuent.

III.2.4. Méthodes de fabrication des composites

Récemment, l'utilisation des matériaux bio-composites a augmenté en raison des propriétés mécaniques et aux avantages qu'elle présente. Pour cela, il est très important d'ajuster les méthodes de fabrication de ces bio-composites pour répondre aux nouvelles exigences. Parmi les exigences les plus importantes :

- Le seuil de température de fabrication à ne pas dépasser, et ce en raison de l'incapacité des fibres naturelles à résister à des températures supérieures à 150°C pour des durées de fabrication longues, ou des températures dépassant 220°C pour des procédés d'élaboration courts. L'exposition à ces températures fragilise les composants de cellulose (micro-fibrilles), affecte négativement l'adhérence inter-faciale fibre/matrice et entraîne une décoloration des fibres.
- En raison des caractéristiques hydrophiles des fibres, il est nécessaire de contrôler l'environnement lors de la mise en forme du matériau. En effet, les fibres ont tendance à gonfler lorsqu'elles sont exposées à l'humidité, ce qui provoque la diminution des propriétés mécaniques des matériaux composites (faible adhérence fibres/matrice).

Il existe une multitude de procédés de fabrication des composites renforcés de fibres synthétiques, mais seuls ceux appropriés aux fibres naturelles seront décrits dans les paragraphes suivants.

III.2.4.1. Moulage par compression

Le moulage par compression des composites renforcés de fibres naturelles est un procédé couramment utilisé dans l'industrie. Les applications typiques, en outre de l'industrie d'automobile, se trouve dans le secteur du bâtiment, due principalement aux coûts des outils de cette méthodes de moulage qui sont inférieurs comparés avec le moulage par injection. Le moulage par compression (Figure 30) est la méthode la plus adéquate pour la fabrication de pièces à des quantités moyennes et à grandes échelle. Les produits sont souvent à deux dimensions, avec possibilité d'élaboration des structures tridimensionnelles ayant une profondeur d'impression maximale de 15 à 20cm. Environ 35% des pièces moulées par compression pour l'industrie automobile sont élaborées avec des matrices thermodurcissables. Les bio-composites fabriqués par des résines thermodurcissables ont des propriétés thermiques améliorées par rapport aux bio-composites élaborées avec des résines thermoplastiques, mais ils sont généralement plus chers et non-recyclables [92,93].

En général, les fibres naturelles non tissées (les mats de fibres de chanvre, de lin ou un mélange entre chanvre/lin/Kenaf) sont souvent utilisées pour la fabrication de produits semi-finis. Ces produits sont imprégnés dans un système de résine thermodurcissable au moyen d'un certain nombre de différentes procédures, y compris le revêtement par pulvérisation. Ils sont ensuite mis en forme sous une pression et température spécifiques.

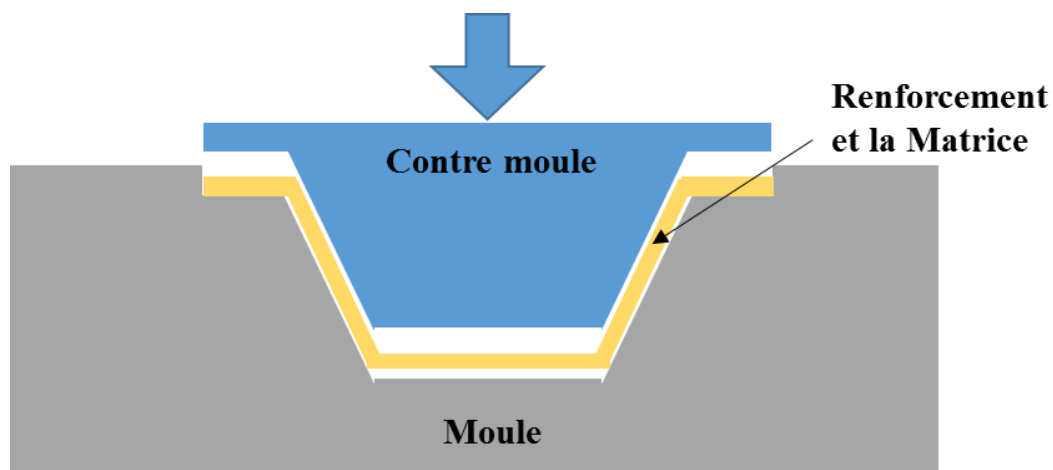


Figure. 30. Schéma du moulage par compression.

III.2.4.2. Moulage par transfert de résine

Le moulage par transfert de résine est un procédé d'injection qui fonctionne avec de faibles pressions (jusqu'à 5 bars). Le rendement de cette méthode est faible comparée aux méthodes d'injection ou le moulage par compression. Par contre, les bio-composites du moulage par transfert de résine sont très résistants, mais relativement coûteux.

Le principe de cette méthode est d'injecter un mélange de résine avec le durcisseur dans la cavité fermée constituée d'une matrice mâle et l'outil femelle, dans laquelle, les matériaux de renforcements sont placés sous formes de mat, tissu ou des fibres dispersées aléatoirement (Figure 31).

Idéalement, il faut transférer la résine rapidement dans toute la pièce avant son durcissement. L'objectif est de remplir toute la cavité du moule de manière à chasser l'air lentement hors du moule. Parmi les inconvénients de ce procédé :

- Problèmes rencontrés lors du moulage par transfert de résine en utilisant les tissus de fibres naturelles. Ces derniers ont tendance à flotter sur la résine (ne sont pas complètement mouillés par la résine) ou bien sont décalés de leurs positions initiales.
- Parfois, il y a même aussi des difficultés à transférer la résine uniformément dans la cavité du moule (présence des bulles d'air ou des poches).

Cependant, ces problèmes peuvent être résolus en ajustant les propriétés de traitement et de créer le vide dans le moule pour dégager l'air.

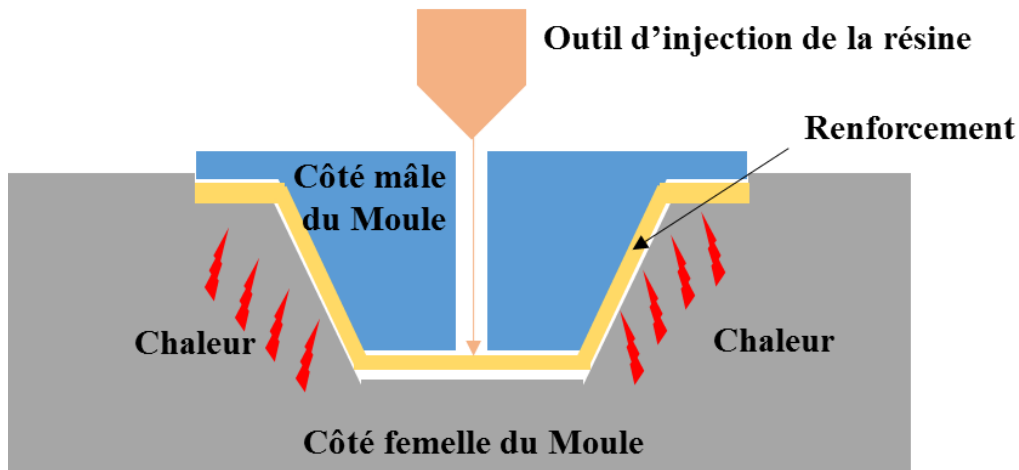


Figure. 31. Schéma du moulage par transfert de résine.

III.2.4.3. Moulage manuel

Le moulage manuel est une autre technique de fabrication des bio-composites tissus préparés de fibres naturelles. Il est adapté pour la fabrication des prototypes ou bien de faibles quantités de pièces. Il est souvent choisi pour des applications de conception. Le principe de cette méthode est de concevoir un moule ouvert ayant la forme de la pièce à fabriquer.

Etapes du moulage manuel:

1. Application de l'agent de démoulage sur le moule.
2. Fixation du renfort (mat, tissu, etc.) couche par couche dans le moule dans le moule (Figure 32).
3. Imprégnation du renfort de résine.
4. Enlèvement des bulles avec un rouleau spécial de stratification (débulleur).
5. Après durcissement, l'opération de démoulage est effectuée après un temps de maintien qui dépend du type de la résine et de la température (de l'ordre de 10 heures).
6. La polymérisation est ensuite effectuée en milieu ambiant (selon la résine). Cette polymérisation peut éventuellement être accélérée par une cuisson dans un four avec une température qui varie entre 60° et 100°C.

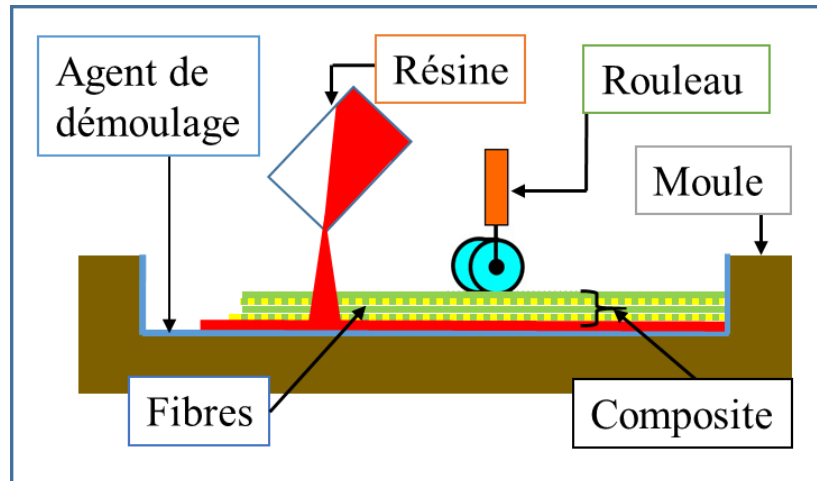


Figure. 32. Schéma du processus manuel.

La répartition de la résine doit être la plus homogène possible et le tissu doit être maintenu dans sa position pour garantir un bon moulage. C'est pour cette raison que la qualité de la pièce dépend fortement des compétences et de l'expérience du préparateur. Selon la résine employée, le durcissement de la pièce bio-composite se fait soit à la température ambiante ou bien à une température spécifique pendant une durée déterminée.

III.2.5. Quelques propriétés des composites unidirectionnels

Les propriétés des composites, en particulier ceux renforcés par des fibres continues, sont différentes des matériaux métalliques. Ce sont des matériaux anisotropes car les propriétés mécaniques sont déterminées par l'orientation du renfort et sont différentes selon la direction au sein du matériau. A l'exception du matériau avec renfort sous forme de particules équiaxiales réparties uniformément dont le comportement est isotrope.

Il existe deux modes de comportement des matériaux composites unidirectionnels. Le premier est un modèle parallèle où la résistance au chargement et l'allongement des deux composants (matrice/fibres) sont égaux. Ce type de comportement est recherché pour la bonne adhérence fibre/matrice. Le second mode de comportement du matériau composite est le modèle série où l'allongement de la fibre est différent de celui de la matrice due aux adhérences de l'interface fibre/matrice considérée comme un autre matériau. A l'échelle microscopique, l'analyse est réalisée au niveau du diamètre des fibres. Ceci est appelé analyse de la micromécanique et il traite les relations entre la contrainte et la déformation dans les fibres, ainsi que l'interface entre

la matrice et la fibre. L'analyse micromécanique permet la prédiction des propriétés du matériau en fonction des propriétés des constituants et leurs quantités relatives dans la structure [94].

III.2.5.1. Fractions volumiques et massiques

La proportion relative du renfort dans la matrice est l'un des facteurs les plus importants dans la fabrication des matériaux composites. Cette proportion détermine les caractéristiques du matériau. Elle peut être exprimée soit en fraction massique (fraction en masse) ou soit en fraction volumique (fraction en volume). Les fractions massiques sont les plus simples à mesurer lors de l'élaboration des matériaux composites. Par contre, les fractions volumiques interviennent dans les modèles théoriques et dans le calcul de la densité et le volume du vide.

Les fractions massiques sont déterminées à partir de la masse des fibres (P_f), la masse de la matrice (P_m) et la masse du matériau composite (P_c). La fraction en masse des fibres et de la matrice s'écrivent comme suit :

$$F_{mm} = 1 - F_{mf} \quad (1)$$

D'où :

$$F_{mf} = \frac{P_f}{P_c} \quad \text{et} \quad F_{mm} = \frac{P_m}{P_c} \quad (2)$$

Où les indices (f) et (m) désignent le renfort et la matrice, respectivement.

Pour la fraction volumique, si on considère (V_c) : volume du matériau composite, (V_f) : volume de fibres et (V_m) : volume de la matrice, la fraction volumique des fibres est écrite de la façon suivante :

$$F_{vf} = \frac{V_f}{V_c} \quad (3)$$

De la même façon, la fraction volumique de la matrice est :

$$F_{vm} = \frac{V_m}{V_c} \quad \text{et} \quad F_{vm} = 1 - V_f \quad (4)$$

Puisque

$$V_c = V_m + V_f \quad (5)$$

A partir des deux fractions (massique et volumique), on peut tirer la relation entre les deux avec l'utilisation des masses volumiques de fibres et matrices :

$$P_f = \rho_f V_f \quad \text{et} \quad P_m = \rho_m V_m \quad (6)$$

La masse totale du matériau composite est :

$$P_c = P_f + P_m \quad (7)$$

$$\rho_c V_c = \rho_f V_f + \rho_m V_m \quad (8)$$

Si on néglige la présence des vides dans le matériau composite, la masse volumique s'écrit donc en fonction des fractions volumiques :

$$\rho_c = \rho_f V_f + \rho_m (1 - V_f) \quad (9)$$

Après simplification, on obtient la relation entre le volume des fibres et de la matrice en fonction de la masse volumique du composite et la masse volumique des fibres et la matrice :

$$V_f = F_{vf} \left(\frac{\rho_c}{\rho_f} \right) \quad (10)$$

$$V_m = F_{vm} \left(\frac{\rho_c}{\rho_f} \right) \quad (11)$$

III.2.5.2. Densité

Considérons un composite constitué de la matrice et de renforcement de densités connues. Le poids du composite (w_c) est donnée par la somme des poids des fibres (w_f) et de la matrice (w_m) :

$$w_c = w_f + w_m \quad (12)$$

En remplaçant (w) par (ρV) dans la relation (12), la relation peut également être écrite comme suit :

$$\rho_c V_c = \rho_f V_f + \rho_m V_m \quad (13)$$

En divisant la relation (13) par le volume du composite (V_c), l'équation devient :

$$\rho_c = \rho_f \frac{V_f}{V_c} + \rho_m \frac{V_m}{V_c} \quad (14)$$

Où ($\frac{V_f}{V_c}$) et ($\frac{V_m}{V_c}$), désignent les fractions de volume des constituants fibres et matrice respectivement.

L'équation (14) est connue sous le nom de la loi des mélanges, et montre que la densité d'un composite est la somme des densités des constituants.

Aussi, la fraction de masse du renfort est exprimée comme suit :

$$F_{mf} = \frac{w_f}{w_c} = \frac{\rho_f V_f}{\rho_c V_c} = \frac{\rho_f}{\rho_c} V_f \quad (15)$$

Et en remplaçant ρ_c de (14) dans la relation (15) donne :

$$F_{mf} = \frac{V_f \rho_f}{V_f \rho_f + V_m \rho_m} \quad (16)$$

D'une manière similaire, la fraction volumique du renfort peut être exprimée en fonction des fractions du poids de constituants comme suit :

$$F_{vf} = \frac{W_f \rho_m}{W_f \rho_m + W_m \rho_f} \quad (17)$$

Donc, la fraction de poids peut être convertie en une fraction de volume à condition que les densités soient connues et en supposant une absence totale de vides :

$$V_f + V_m = 1 \quad \text{et} \quad F_{mf} + F_{mm} = 1 \quad (18)$$

III.2.5.3. Propriétés élastiques des composites

Dans le cas d'un composite unidirectionnel à fibres longues parfaitement alignées, la relation entre l'état de l'isotropie, la forme de renforcement et de la distribution dans la matrice est qualitativement démontrée ci-dessous. Les concepteurs vérifient généralement les propriétés prédites (théoriques) avec les valeurs déterminées expérimentalement [95][96][94].

Les caractéristiques mécaniques et le comportement élastique d'un composite sont basées sur les propriétés de ces constituants. Théoriquement, l'analyse micromécanique cherche à caractériser le comportement élastique d'un pli de composite unidirectionnel. Le pli du composite est supposé homogène macroscopiquement et linéairement élastique. La matrice et les fibres sont aussi supposées homogènes et linéairement élastiques. L'interface est supposée complètement liée à la fibre et à la matrice sans aucun vide. La réponse du pli à la charge peut être analysée à l'aide d'un modèle parallèle ou un modèle série comme représenté sur la Figure 33.

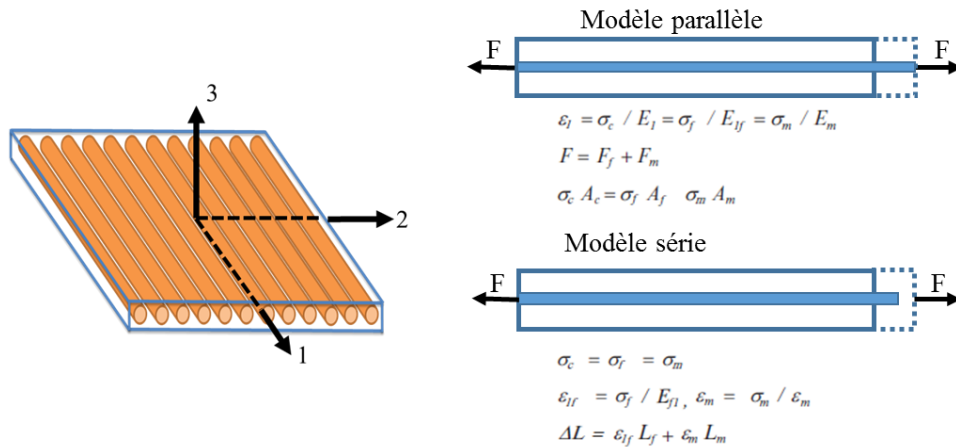


Figure. 33. Réponse élastique du pli dans les modèles parallèle et série.

Dans le modèle parallèle (également appelé modèle de **Voigt**, modèle de déformation équivalente). Il suppose que la fibre et la matrice subissent une déformation égale et uniforme. Ceci conduit à l'expression (19) pour la rigidité dans la direction longitudinale :

$$E_1 = V_f E_{1f} + V_m E_m \quad (19)$$

Les indices (1f) se réfèrent à la direction longitudinale des fibres. Notons que le module d'élasticité (E_1) représente la moyenne pondérée des modules des fibres et le module de la matrice.

Le modèle série (également appelé modèle **Ruess**) suppose que les fibres et la matrice sont sous contrainte égale et uniforme et subissent une déformation différente. Ceci conduit à l'expression (20) dans la direction longitudinale :

$$C_1 = V_f C_{1f} + V_m C_m \quad (20)$$

Sachant que $C = 1/E$ (la souplesse), l'équation (21) est réécrite comme suit :

$$E_1 = \frac{E_{1f} E_m}{V_f E_m + V_m E_{1f}} \quad (21)$$

En réalité, l'état de contrainte et de déformation du pli ne sont pas uniformes. Les équations (19) et (21) représentent les limites supérieure et inférieure de la rigidité longitudinale de la feuille, respectivement.

Le module transversal est déterminé en utilisant le modèle de série, mais cette fois par le chargement de la matrice dans la direction transversale et en utilisant le module de fibre E_{2f} :

$$E_2 = \frac{E_{2f} E_m}{V_f E_m + V_m E_{2f}} \quad (22)$$

D'une manière similaire, les équations restantes pour le grand coefficient de Poisson et le module de cisaillement sont déterminées en utilisant les équations (23) et (24) :

$$v_{12} = V_f v_{12f} + V_m v_m \quad (23)$$

$$G_{12} = \frac{G_{12f} G_m}{V_f G_m + V_m G_{12f}} \quad (24)$$

La loi de mélange peut également être étendue pour prédire les propriétés des composites non unidirectionnels, tels que les composites de tissus et autre. En introduisant un facteur d'efficacité de renforcement β , la loi des mélanges peut être exprimée sous la forme :

$$E_1 = \beta_f V_f E_{1f} + V_m E_m \quad (25)$$

Le coefficient d'efficacité de renforcement prend en compte la quantité de fibres qui sont efficaces dans le sens de l'intérêt. Par exemple, $\beta = 1$ pour le renforcement unidirectionnel, 0,5 pour le renforcement symétrique bidirectionnel et 0,375 pour le renforcement de manière aléatoire dans le plan agencé [97].

III.3. Usinage des matériaux composites

Dans beaucoup d'applications, les pièces moulées nécessitent un usinage pour obtenir un produit fini. Il s'agit par exemple de perçage pour les opérations d'assemblage (boulonnage, rivetage ...), de fraisage pour ajuster les cotations par exemple, de tournage, etc... Les composites multidirectionnelles sont d'un intérêt plus pratique que les composites unidirectionnels. Cependant, les composites unidirectionnels se prêtent bien à la recherche d'investigation car il est plus facile de relier leurs propriétés mécaniques et leurs caractéristiques d'usinage à l'orientation des fibres. Par conséquent, la plupart des travaux sur les mécanismes de formation des copeaux ont été réalisés sur des composites unidirectionnels, comme cela va être illustré dans les paragraphes ci-dessous (bibliographie sur des travaux d'usinage de matériaux composites unidirectionnels).

Notant que l'usinage des matériaux composites peut avoir lieu avant/ou après imprégnation et durcissement. L'usinage avant le durcissement consiste à découper le matériau de renfort à la bonne taille pour épouser le contour avant qu'il ne soit déposé dans un moule et durci. Le matériau de renforcement est soit des fibres sèches imprégnées de résine ou des tissus de fibres. Le contournage, principalement à deux dimensions, peut-être effectué par des techniques de coupe communes à l'industrie textile. Celles-ci comprennent des découpes par ultrasons, par un couteau à mouvement alternatif, par cisaillement-poinçonnage, par jet d'eau et avec le faisceau laser.

III.3.1. Fraisage et taillage

Dans le fraisage, la matière est enlevée de la pièce par une tête de coupe rotative qui peut avoir plusieurs arêtes de coupe actives. Les opérations de fraisage les plus communes dans l'usinage des composites sont le fraisage périphérique ou le contournage et le fraisage en bout (Figure 34). Le fraisage périphérique utilise les arêtes de coupe sur la périphérie de l'outil. La surface usinée est parallèle à l'axe de rotation de la fraise et l'engagement dans la pièce à usiner est dans la direction radiale de l'outil de coupe (voir Figure 34 (a)). Le fraisage périphérique est plus appelé de manière appropriée délignage parce que le diamètre de l'outil est généralement de petite taille et l'engagement axial englobe toute l'épaisseur de la pièce. Le fraisage d'extrémité est similaire à fraisage périphérique, sauf que l'engagement axial peut être inférieur à l'épaisseur de la pièce et une fente est obtenue (voir Figure 34 (b)). La machine la plus couramment utilisée est une fraiseuse verticale.

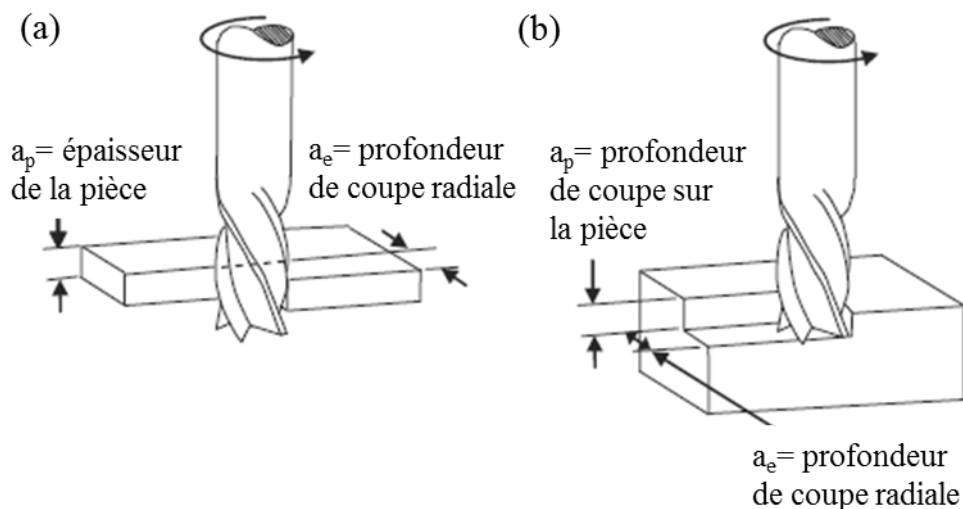


Figure. 34. Types d'opérations d'usinage de contour.

La machine-outil fournit le mouvement primaire à la broche (à laquelle l'outil de coupe est maintenu), et le mouvement d'avance à la table de la machine (à laquelle la pièce est maintenue). De nos jours, les fraiseuses sont dotées de routeurs capables de fournir des vitesses très variables à la broche et à la table. La Figure 35 montre les principaux composants et les mouvements sur les trois axes de la broche d'une machine spécifique CNC.

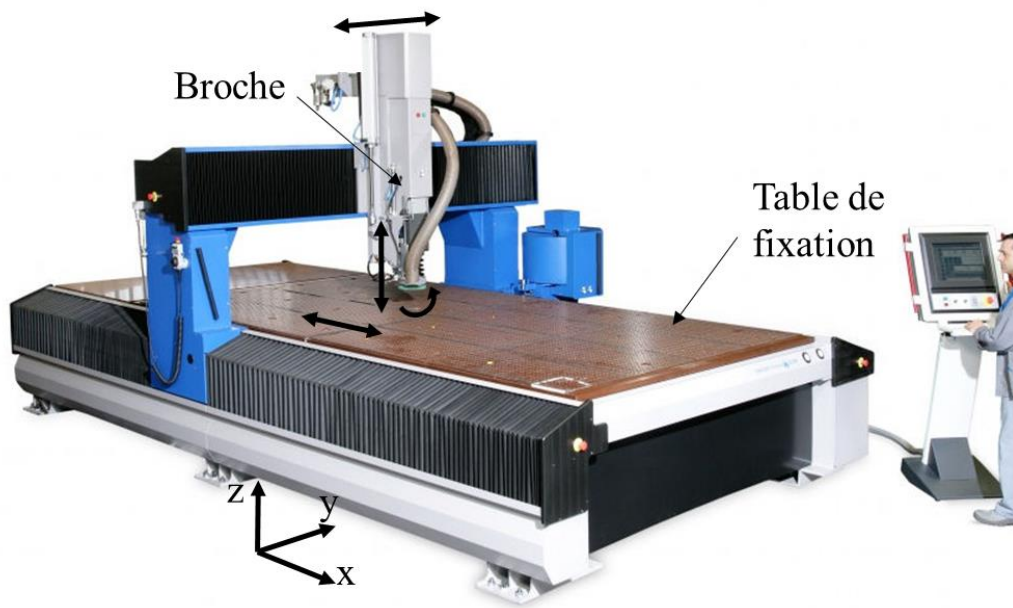


Figure. 35. Fraiseuse à commande numérique (CNC).

Le fraisage en contournage est classé en deux catégories selon le mouvement d'avance par rapport l'arête de coupe. Il s'agit du fraisage en opposition et du fraisage en aval (Figure 36) :

1. Le fraisage en opposition : le mouvement de coupe de l'arête est en opposition avec le mouvement d'avance de la pièce (Figure 36 (a)).
2. Le fraisage en aval : le mouvement de coupe de l'arête est en concordance avec le mouvement d'avance de la pièce (Figure 36 (b)).

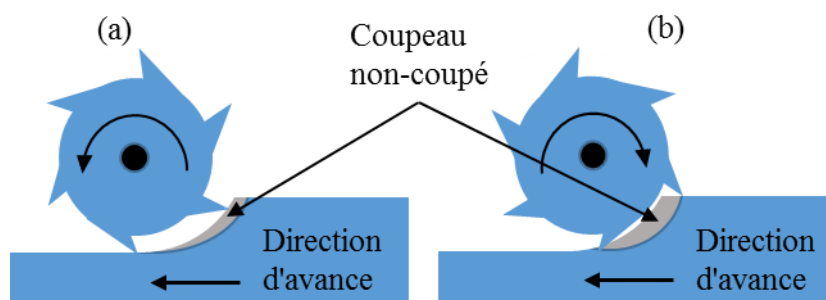


Figure. 36. Illustration de l'usinage : (a) Fraisage en opposition, (b) Fraisage en aval.

La surface des copeaux obtenus dans les deux cas à une forme de similaire (Figure 36) et la longueur du copeau est décrite par une trochoïde qui résulte de la superposition d'un mouvement périphérique et le mouvement d'avance. Le fraisage en opposition dégage des copeaux avec une section mince de forme de virgule. Il en résulte des faibles forces d'engagement avec une

tendance à soulever la pièce. Dans le fraisage en opposition, les forces augmentent progressivement de zéro au début de l'engagement de l'outil à un maximum lorsque le bord de coupe est sur le point de quitter la pièce. Les forces s'annulent à nouveau lorsque l'arête de coupe quitte la pièce. Dans le fraisage en aval, l'arête de coupe dégage des copeaux avec une section épaisse de la forme d'une virgule. Les forces d'engagement sont élevées et conduisent à pousser la pièce contre la surface de serrage.

La Figure 37 présente un schéma de la géométrie de coupe pour une arête de coupe dans un fraisage en opposition. La trajectoire de l'outil est trochoïdale (mouvement généré à partir de la combinaison de la rotation de la broche et de la translation de la pièce). La géométrie et la cinématique exacte du fraisage en aval et en opposition ont été étudiées par Martellotti, Sabberwal et Koenigsberger [98][99]. Entre autres, les équations de base des paramètres de coupe sont données ci-dessous :

- La vitesse de coupe est donnée en fonction de la vitesse de rotation N et du diamètre de l'outil D par la relation (26) :

$$\omega = \pi DN \quad (26)$$

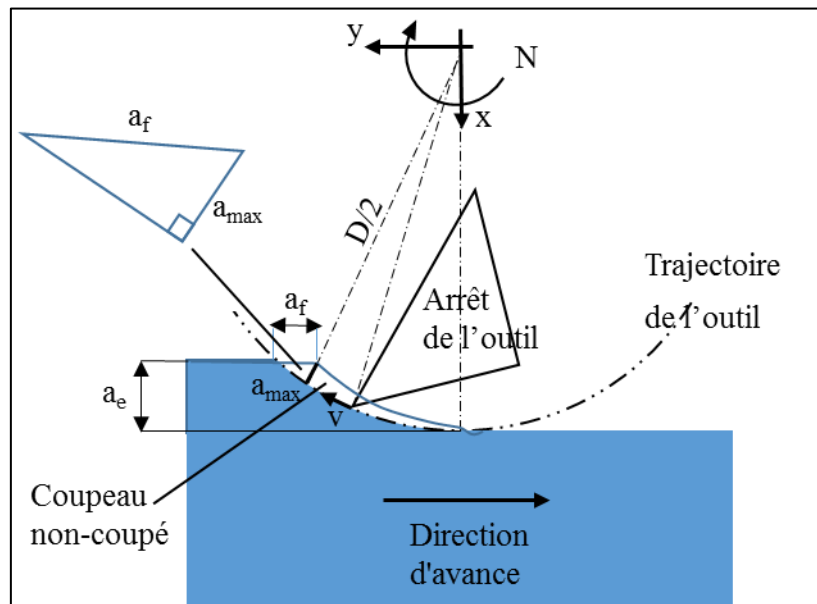


Figure. 37. Géométrie de coupe en fraisage (en opposition).

La vitesse d'avance, ω_f , et l'avance par tour x , sont reliées par :

$$x = \frac{\omega_f}{N} \quad (27)$$

L'avance par dent a_f qui définit la translation de la pièce entre l'engagement des arêtes de coupe successive, est exprimée en fonction de la vitesse d'avance ω_f , de la vitesse de rotation N et du nombre d'arêtes de coupe sur la tête T :

$$a_f = \frac{\omega_f}{TN} \quad (28)$$

La longueur de l'engagement du bord de coupe dans la pièce à usiner est donnée par l'expression [98][99] :

$$L_c = \frac{D}{2} \cos^{-1} \left(1 - \frac{2a_e}{D} \right) \pm \frac{a_f T}{\pi D} (Da_e - a_e^2)^{1/2} \quad (29)$$

Où on utilise le signe plus (+) pour un fraisage en opposition, et le signe négatif pour le fraisage en aval. L'épaisseur moyenne du copeau non déformée est donnée par [98][99]:

$$a_{avg} = \frac{a_f a_e}{L_c} \quad (30)$$

A partir des équations précédentes, on dresse les constatations suivantes en comparant le fraisage en opposition et le fraisage en aval :

- Trajectoire de l'outil est plus longue dans le fraisage en opposition.
- Zones de copeaux non coupés sont les mêmes, mais l'épaisseur moyenne du copeau dans le fraisage en aval est plus grande.
- Pour une profondeur de coupe donnée, a_e , l'épaisseur maximale de copeau non coupée pendant le fraisage en opposition est inférieur à celle du fraisage en aval. Cela exige une puissance de coupe et des forces de coupe plus élevés associées au fraisage en aval.

III.3.2. Perçage

Les opérations de perçage sont très courantes dans les matériaux métalliques et les matériaux composites. C'est un procédé d'usinage par enlèvement de matière. Cette opération est exécutée sur des machines classiques de perçage vertical, fraiseuses et diverses autres machines spécialisées. Sur une perceuse verticale, le mouvement de coupe est le mouvement de rotation primaire de la broche. Par contre, le mouvement d'avance est le déplacement de l'axe de la broche (porte-outil).

Il existe de nombreux outils pour le perçage des matériaux composites. Le foret à deux flûtes hélicoïdales représenté sur la Figure 38 est le plus utilisé. Il se distingue par deux arêtes de coupe principales formant l'angle de la pointe. Et Chaque bordure de coupe agit comme un outil de coupe (Figure 38). L'angle principal de l'arête de coupe représente la moitié de l'angle de pointe du foret. Le flûte est un moyen pour dégager les copeaux et refroidir la pointe de coupe. Le flûte est un moyen pour dégager les copeaux et refroidir la pointe de coupe.

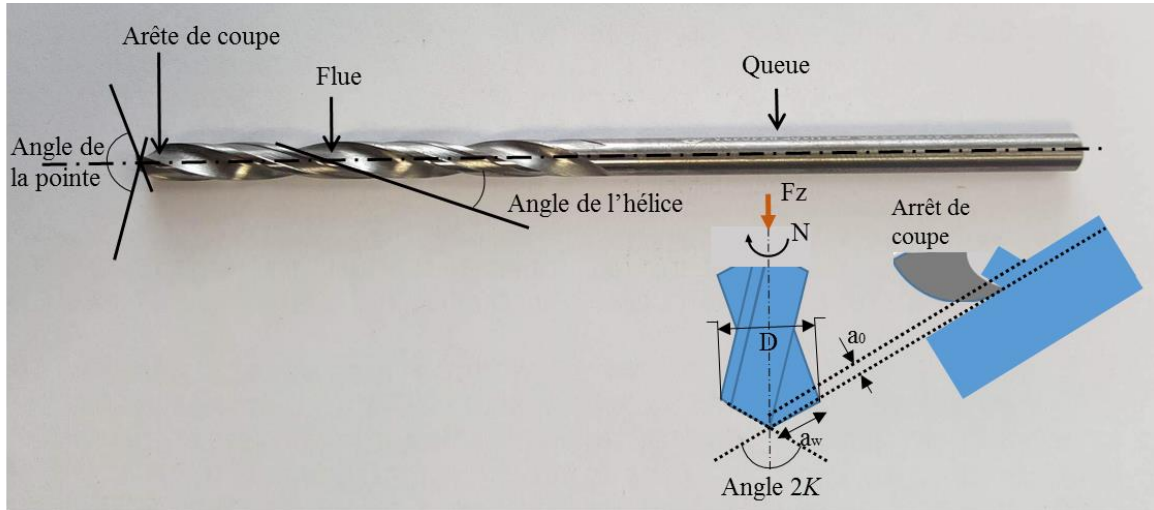


Figure. 38. Géométrie de l'outil de perçage.

Pour un foret de diamètre D , animé d'une vitesse de rotation N (tours par minute), la vitesse de coupe est donnée par la relation (26). Le foret de perçage pénètre dans la pièce avec une avance par tour noté x . La vitesse d'avance ω_x est liée à la pénétration par tour :

$$\omega_x = x N \quad (31)$$

La relation entre l'avance par dent et l'avance par tour est donnée par :

$$a_x = \frac{x}{T} \quad (32)$$

Où T est le nombre de cannelures.

La largeur des copeaux est liée au diamètre de l'outil (foret) et liée au demi angle de pointe noté K (également connu sous l'angle d'avance) :

$$a_w = \frac{D}{2 \sin K} \quad (33)$$

L'épaisseur de copeaux non coupés est donnée par :

$$a_c = a_x \sin K = \frac{x}{T} \sin K \quad (34)$$

Le taux d'enlèvement de matière Z_w est donné par :

$$Z_w = \omega_x \left(\frac{\pi D^2}{4} \right) = \frac{\pi x D^2 N}{4} \quad (35)$$

Pour assurer un bon perçage, il faut que la pointe de l'outil traverse toute l'épaisseur de la pièce L_h et parcourt une autre distance supplémentaire nécessaire pour dégager le cône de l'outil notée L_e , et donné par [100] :

$$L_e = \frac{D}{2 \tan K} \quad (36)$$

Le temps de perçage à travers toute l'épaisseur de la pièce est donné par :

$$t_m = \frac{L_h + L_e}{\omega_x} \quad (37)$$

III.3.3. Formation des copeaux

Les processus de formation des copeaux dans l'usinage orthogonale de composites renforcés de fibres unidirectionnelles ont été très peu étudiés. Koplev et al. [101] ont été parmi les premiers à étudier ce phénomène en utilisant les méthodes du dispositif d'arrêt rapide et méthode des macro-copeaux. Le dispositif d'arrêt rapide est largement utilisé dans l'étude de l'usinage des métaux. Il est bien documenté dans la littérature [102].

Dans le procédé de macro-coupeau, la surface supérieure de la pièce parallèle au plan de coupe est recouverte d'une fine couche de colle à base de caoutchouc séché. Après l'usinage, les segments de copeaux se fixent en forme de ruban sur le film de la colle. Les copeaux sont alors examinés au microscope. Cette méthode s'avère très utile pour les études des processus de formation et d'identification des différents types de copeaux [101][103][104].

Des observations in situ ([103] [104] [105]) de formation de copeaux lors de l'usinage de composites renforcés de fibres à l'aide d'une caméra CCD, ainsi que des observations au microscope électronique à balayage ont montré que ce processus est contrôlé conjointement par l'orientation des fibres et l'angle de la pointe de coupe. A l'opposé de ce qui est observé dans les copeaux métalliques, l'usinage des composites provoque une série de fractures non contrôlées donnant naissance aux copeaux dont la déformation plastique est très faible.

Les facteurs primordiaux pour déterminer le mode de formation de copeaux dans les composites unidirectionnels sont l'angle d'orientation des fibres et l'angle de coupe. La Figure 39 montre la méthode utilisée pour exprimer l'angle d'orientation des fibres en usinage. Il est mesuré dans le sens horaire par rapport à la direction de coupe. L'orientation des fibres unidirectionnelles supérieures à 90° est généralement considérée comme une orientation négative. La nature des fibres et de la matrice peuvent aussi influencer le mode de formation des copeaux.

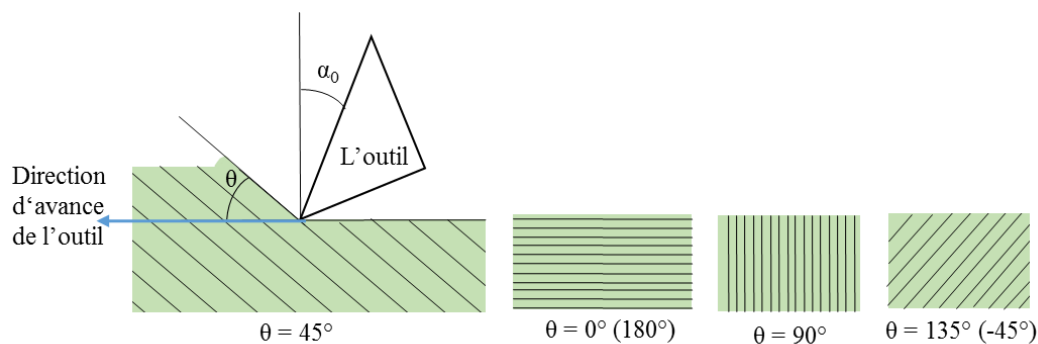


Figure. 39. Orientation des fibres par rapport à la direction d'avance de l'outil.

La Figure 40 est une représentation schématique des différents modes de formation de copeaux lors de l'usinage avec les différentes configurations de l'arête de coupe (angle de l'arête de coupe α_0 positif et négatif) ainsi que les types de copeaux résultants.

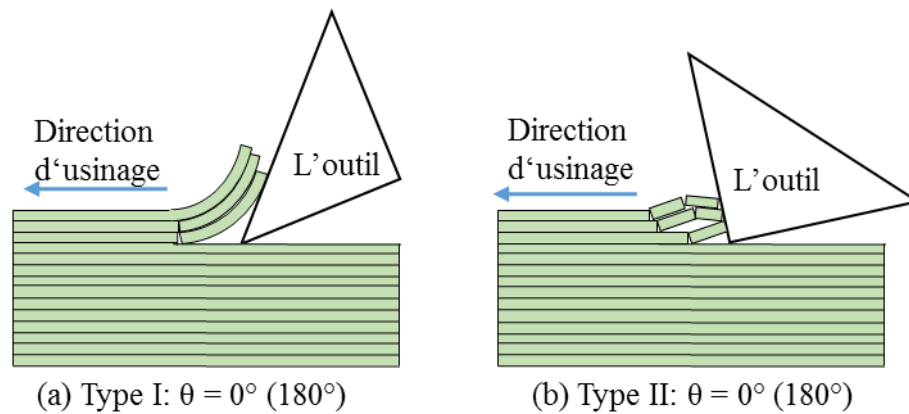


Figure. 40. Mécanismes de coupe dans l'usinage orthogonal.

La formation de copeaux de type I (délamination) se produit pour l'angle de l'orientation des fibres ($\Theta=0^\circ$) et les angles de coupe positifs α_0 (Figure 41 (a)). Une fissure s'initie à la pointe de l'outil et se propage le long de l'interface fibre/matrice. Quand l'outil avance dans la pièce, la couche pelée glisse vers le haut de la face de coupe, l'amenant à se courber comme une poutre en porte à faux. Une fracture se produit en avant de l'arête de coupe perpendiculaire à la direction des fibres induite par la flexion. Un petit segment de copeau distinct est formé et le processus se répète de nouveau. Le copeau fracturé aplanit lors de la séparation et retourne à sa forme originale en raison de l'absence de déformation plastique. Les efforts de coupe enregistrés dans chaque cycle sont très différents selon qu'on soit devant des mécanismes de délamination, de flexion ou de fracture.

Une analyse de la microstructure de la surface usinée [100] a révélé des fibres partiellement entravées dans la matrice en raison du retour élastique. D'autre part, les motifs de rupture de la matrice indiquent que les copeaux ont été rompus en **mode I**.

Le flambage des fibres représente le deuxième type de formation de copeaux se produisant lors de l'usinage des composites avec une orientation des fibres ($\Theta=0^\circ$) et un angle négatif de l'arête de coupe (Figure 42 (b)). Dans ce cas, les fibres sont soumises à une charge de compression le long de leur direction, ce qui les amène à se courber. L'avancement continu de l'outil de coupe provoque le chargement du **mode II** (glissement) ou de cisaillement dans le plan et la rupture à l'interface fibre-matrice. Les flambements successifs provoquent finalement la rupture des fibres dans une direction perpendiculaire à leur longueur. Cette fracture se produit dans le voisinage immédiat de l'arête de coupe et se traduit par de petits copeaux discontinus. Dans ce

cas, l'effort de coupe de fluctuation est inférieur à celui relatif au processus du type I de formation de copeau. Les surfaces usinées à l'issue du mode I et mode II sont similaires [100].

III.4. Conclusion du chapitre

L'utilisation des fibres naturelles comme renforts dans les matériaux composites est une contribution à la préservation environnementale. Le chapitre a présenté les différentes variétés de fibres naturelles, ainsi que les matrices auxquelles on peut les associer.

Les procédés de fabrication, notamment le moulage au contact qui sera reproduit expérimentalement, ainsi les propriétés mécaniques des bio-composites y sont largement décrits.

En vue de l'utilisation des bio-composites dans les diverses applications industrielles, leur usinage est indispensable. De ce fait, une étude bibliographique récente des procédés de fraisage et de perçage a été présentée. Les principaux paramètres de ces deux procédés seront utilisés dans la partie expérimentale de cette thèse.

Toutes les études s'accordent à dire que la réussite des opérations d'usinage avec un minimum de défauts dépend d'une bonne maîtrise du comportement mécanique des matériaux élaborés et le choix des outils et des conditions de coupe.

Chapitre IV : Elaboration, caractérisation et usinage du bio-composite à base de fibres d'Alfa

IV.1. Introduction

Le chapitre I a mis en relief les méthodes d'extraction et la complexité de la microstructure des fibres végétales. Les propriétés mécaniques, en particulier celles des fibres d'Alfa, ont été examinées dans le chapitre II. Pour tester l'efficacité de ces méthodes, deux types de matériaux bio-composites, respectant l'environnement à des niveaux différents, seront élaborés et caractérisés mécaniquement, et ce, en se référant à l'état de l'art présenté dans le chapitre III (notamment les protocoles d'élaboration, la caractérisation mécanique en traction et les opérations d'usinage : fraisage et perçage). Cette étape est obligatoire pour atteindre notre objectif principal, à savoir : identifier le comportement mécanique des bio-composites à base des fibres d'Alfa.

Les modules d'élasticité et les contraintes limites à la rupture des bio-composites élaborés seront recherchés pour différentes configurations (des fibres traitées de façon différentes et des résines distinctes).

La stratégie adoptée pour rester dans l'objectif de cette thèse, à savoir la conception d'un éco-matériau, nous a amené d'une part à rechercher un matériau respectant le mieux possible l'environnement et d'autre part ayant un renfort avec de bonnes caractéristiques mécaniques. Or d'après les résultats précédents, les fibres traitées chimiquement sont les meilleures mais le procédé chimique n'est pas respectueux de l'environnement (utilisation de la soude). On a du donc réfléchir à un autre matériau bio-composite ne faisant venir des produits chimiques lors de son élaboration. Il a été donc décidé de concevoir deux types de biomatériaux :

- **Matériaux 1** : bio-composite à base de fibres extraites chimiquement et une matrice chimique polyester (en raison de performances élevées des fibres). un mélange approprié de catalyseur (2%) a été ajouté à la résine à la température ambiante pour obtenir une bonne qualité de bio-composite.
- **Matériaux 2** : bio-composite à base de fibres extraites naturellement et une matrice époxy bio-sourcée à 37% (en raison du niveau élevé du respect de l'environnement). un mélange approprié de catalyseur (26%) a été ajouté à la résine époxy bio-sourcée à la température ambiante.

Selon les fiches techniques, les deux types de résines utilisées se caractérisant par les mêmes propriétés mécaniques en traction.

Les essais de fraisage et de perçages vont permettre d'examiner le comportement des bio-composites en usinage afin de déterminer les paramètres intrinsèques des matériaux. Ces paramètres serviront à alimenter des logiciels de modélisation numérique.

IV.2. Procédure expérimentale

IV.2.1. Préparation des tissus unidirectionnels de fibres d'Alfa

Les fibres d'Alfa extraites sont pesées pour assurer le bon mélange et une même proportion massique des fibres d'Alfa sur toutes les plaques réalisées. En effet, c'est la fraction massique des fibres qui a été utilisée pour arrêter le taux des fibres dans les bio-composites. La conception des tissus se fait de la manière suivante : Les fibres sont alignées les une à côté les autres de façon à obtenir des tissus unidirectionnels, leurs extrémités étant fixées sur un ruban adhésif double face (Figure 41). L'arrangement manuel des fibres est très délicat à mettre en place. La longueur utile fixée (distance entre les deux rubans adhésifs) est de 27cm.

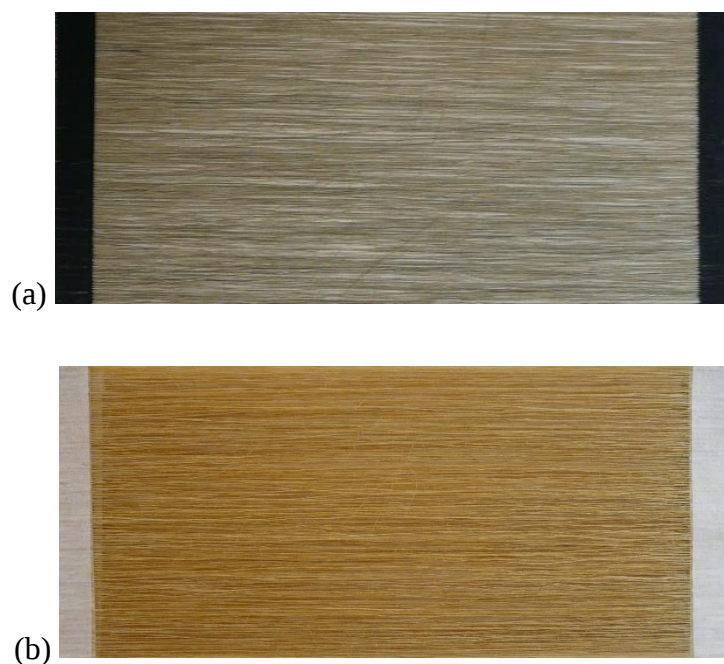


Figure. 41. Tissus unidirectionnels élaborés : (a) Mat unidirectionnel de fibres extraites par le processus naturel, (b) Mat unidirectionnel de fibres extraites par le processus chimique.

IV.2.2. Procédé de fabrication des bio-composites

Comme évoqué dans le chapitre II, la forme des composites, l'aspect de surface, la tolérance environnementale et la durabilité globale sont dominés par la matrice. Comme il existe deux

grandes familles de résines (thermodurcissable et thermoplastique), une question cruciale a été posée : quel type de résine allons-nous associer aux fibres d'Alfa ? Pour répondre à cette question, des études de la littérature [106] [107] [80] [108] ont mentionnés que les résines thermodurcissables sont les plus utilisées pour les bio-composites en raison de la compatibilité fibre/matrice, de leurs coûts et leurs facilités de mise en œuvre. De ce fait, nous avons opté pour deux résines thermodurcissables (polyester et époxy). La deuxième question posée était la suivante : Combien de couches comportera le biomatériau ? Pour respecter les normes des éprouvettes de traction ASTM D638-10 [109] notamment le respect de l'épaisseur, deux couches sont suffisantes. Ainsi, les deux matériaux bio-composites à deux couches de renforts unidirectionnels sont élaborés (matériau 1 et matériau 2).

IV.2.2.1. Résine polyester

Les résines polyester sont les plus utilisées dans les matériaux composites renforcés de fibres synthétiques, en particulier dans le domaine naval (fabrication de voiliers, des canots et tout d'autre sorte de bateau). Les auteurs [106] ont étudié les propriétés mécaniques des matériaux bio-composites en polyester renforcé de fibres de palmier dattier. Cette étude, utilisant un bio-composite à base de résine polyester, a montré que le type du traitement chimique appliqué aux fibres ainsi que la fraction des fibres affectent les propriétés mécaniques. De nombreuses autres études récentes [110] [107] [111] ont examiné des bio-composites polyester renforcés avec des fibres naturelles mixtes comme l'abaca-sisal, abaca-lin et le sisal-jute. Elles ont montré que les résistances à la flexion et à la traction des bio-composites augmentent avec l'accroissement de la fraction volumique des fibres [110] [106][111]. Dans le présent travail, la résine polyester utilisée a été commandée chez la société SF COMPOSITES « FRANCE ». C'est une résine polyester insaturée de la POLYLITE®33208-60 primaire. Elle a une densité de 1.11 g/cm^3 , une viscosité de 180-200 cps et 35,5-38,5% de teneur en styrène à 23°C.

IV.2.2.2. Résine époxy bio-sourcée

L'utilisation des résines époxy est limitée à des domaines très spécifiques où la résistance et la légèreté sont des exigences. On citera par exemple le domaine aéronautique et les voitures de haute gamme. Leur bonne adhérence et leur faible absorption de l'humidité, les placent parmi les meilleures résines pour les structures composites. Quelques travaux sur les bio-composites

fabriqués avec la résine époxy renforcée par des fibres naturelles telles que le sisal, le chanvre, le lin et les fibres de Kénaf ont été effectués [112,113].

Dans le présent travail, la résine époxy utilisée a été commandée chez la même société SF COMPOSITES « FRANCE », code RESOLTECH de qualité 1070 ECO. La résine a une densité 1.11 g/cm^3 , une viscosité de 700 cps à 23°C . Cette résine sera utilisée uniquement avec les fibres extraites naturellement (par le procédé de rouissage). Il est noté que les propriétés mécaniques de cette résine époxy bio-sourcée sont identiques avec les propriétés mécaniques de la résine polyester. L'utilisation de ce type de résine favorise l'augmentation de l'adhérence inter-faciale fibres/matrice due aux propriétés d'hydrophiles des fibres et de la résine comme cela a été démontré par les auteurs [2,114–116].

	Contrainte à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Résine époxy	43	2,1	1.39
Résine polyester	40	1,9	2.17

Tableau 9 : Propriétés mécanique des résines.

IV.2.2.3. Préparation du moule et élaboration du bio-composite

L'élaboration du bio-composite est une opération multi-étapes. Le composite est réalisé par un procédé de moulage manuel (Figure 44 (b)) dont le déroulement est :

- La première étape : conception du moule ouvert ayant la forme de la plaque.
- Application d'une fine couche d'agent de démoulage sur la surface intérieur du moule.
- Fixation de deux couches de tissu de fibres d'Alfa préparées précédemment (section IV.2.1) sur le moule à l'aide d'un ruban adhésif double face pour maintenir les fibres étirées (Figure 44 (a)). La fraction massique des fibres dans la résine est de l'ordre 10% (10 gr de tissu dans 90gr de résine). L'espace libre entre la surface intérieure du moule et le tissu de fibres est fixé à 1mm (éviter tout contact du tissu avec l'agent de démoulage, et s'assurer que les fibres seront noyées complètement).
- Imprégnation des fibres par de la résine.

- Répartir la résine sur le tissu de fibres avec un rouleau spécial de stratification (débulleur).
- Laisser sécher pendant 24h (temps nécessaire pour le durcissement de la résine).

Remarque : les fiches techniques des résines utilisées mentionnent qu'une cuisson doit être effectuée à une température de 60°C pour une durée de 2h pour accélérer la réticulation des molécules. Ou bien, laisser la plaque se reposer durant trois jours avant de procéder à l'usinage. Pour notre cas, nous avons laissé la plaque une semaine pour assurer la réticulation complète.

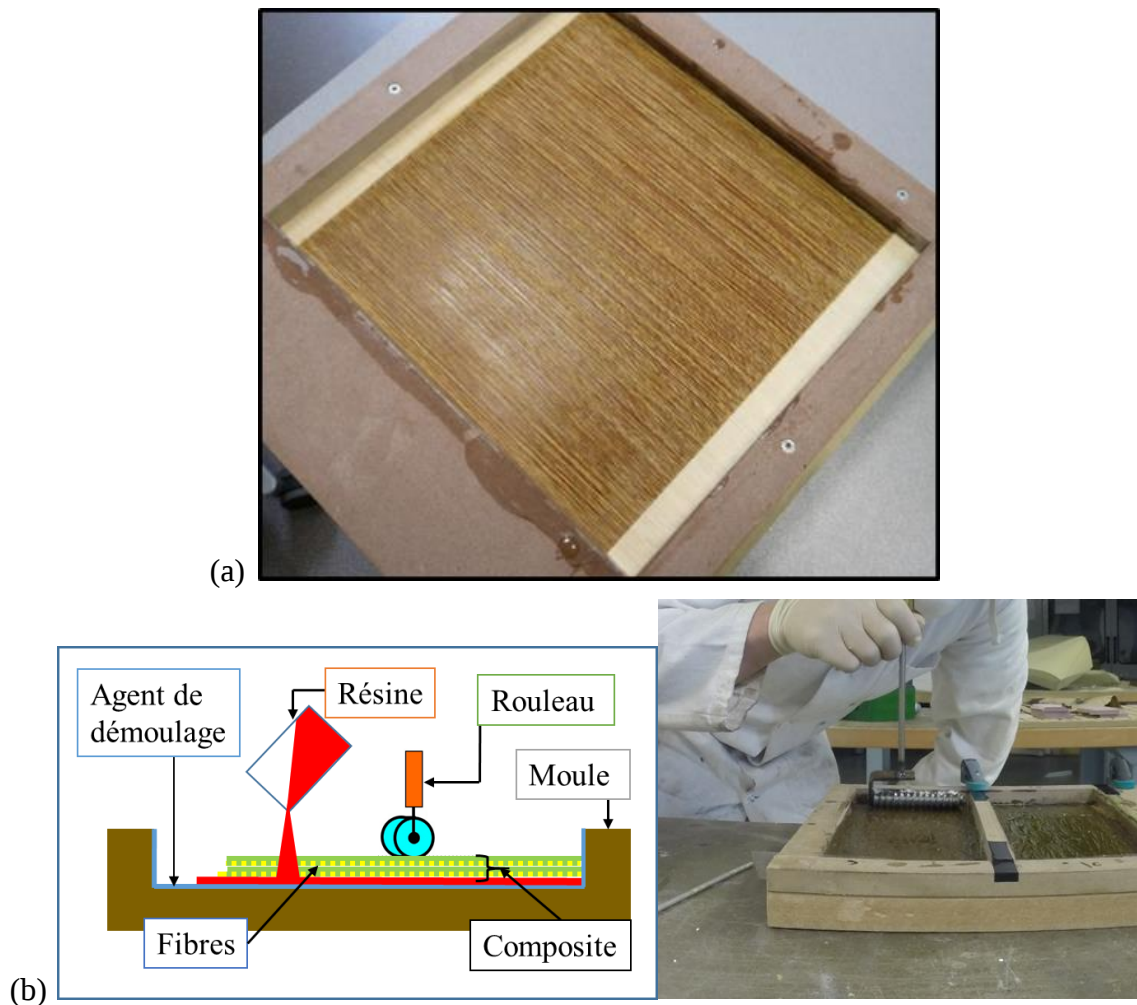


Figure. 42. Elaboration du composite

(a) Fixation du tissu sur le moule, (b) Illustration du processus manuel.

IV.2.3. Caractérisation mécanique des bio-composites

Afin d'évaluer les caractéristiques mécaniques des bio-composites, et pour connaître l'influence des traitements utilisés (voir le chapitre II), des éprouvettes de traction normalisées sont découpées dans la plaque élaborée (Figure 43).

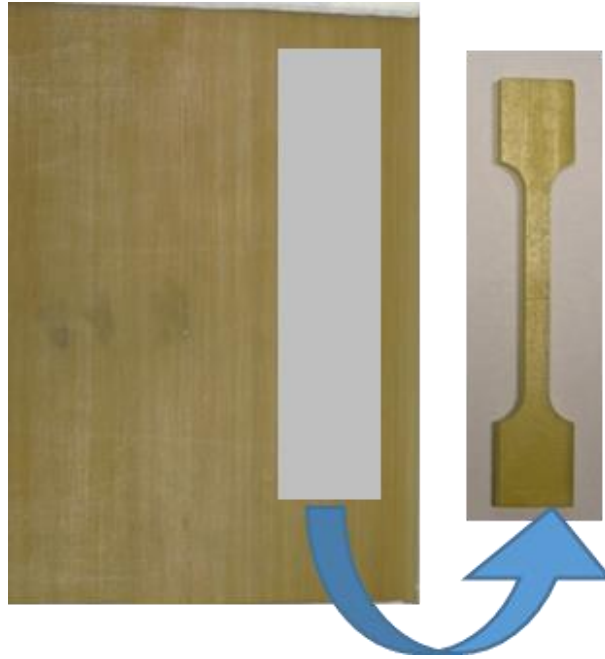


Figure. 43. Découpage des éprouvettes de traction.

IV.2.3.1. Essais de traction

L'essai de traction consiste à monter l'éprouvette dans une machine, et le soumettre à un chargement de traction (Figure 44). La machine de traction utilisée est de marque INSTRON avec une capacité de chargement de 100KN, dotée d'une caméra pour mesurer les déplacements. Elle est aussi équipée d'une chaîne d'acquisition PC (Figure 44).

Les éprouvettes sont installées sur la machine de traction, l'alignement de l'éprouvette avec l'axe de traction est assuré à l'aide des guides installés sur les mâchoires de la machine. La vitesse de déplacement des mors est de 2mm/min (comme indiqué dans la norme ASTM D638-10 [109]) et l'allongement est filmé une caméra très performante. Cette norme utilisée suggère des instructions pour caractériser des matériaux composites avec une faible épaisseur n'excédant pas à 4mm. Quatre essais de traction ont été réalisés pour chaque matériau.



Figure. 44. Test de traction sur une éprouvette bio-composite.

La contrainte mécanique, ou contrainte nominale, est définie comme suit :

$$\sigma = F/A_0$$

Où F est la force de traction et A_0 est la surface initiale de l'éprouvette.

La déformation ε est définie comme suit :

$$\varepsilon = \Delta L/L_0$$

Où L_0 est la longueur initiale de la partie mesurée, et ΔL est la différence entre la longueur finale à la rupture L et la longueur initiale L_0 .

Le pourcentage de l'allongement décrit la ductilité du matériau, il est égal à :

$$\%el = [(L-L_0)/L_0] * 100$$

De la courbe contrainte-déformation, le module de Young est déduit :

$$E = \Delta\sigma/\Delta\varepsilon$$

La Figure 45 montre les histogrammes de l'évolution de la résistance à la rupture et du module d'Young en fonction des bio-composites. Et de ces résultats on peut tracer un tableau récapitulatif (Tableau 10).

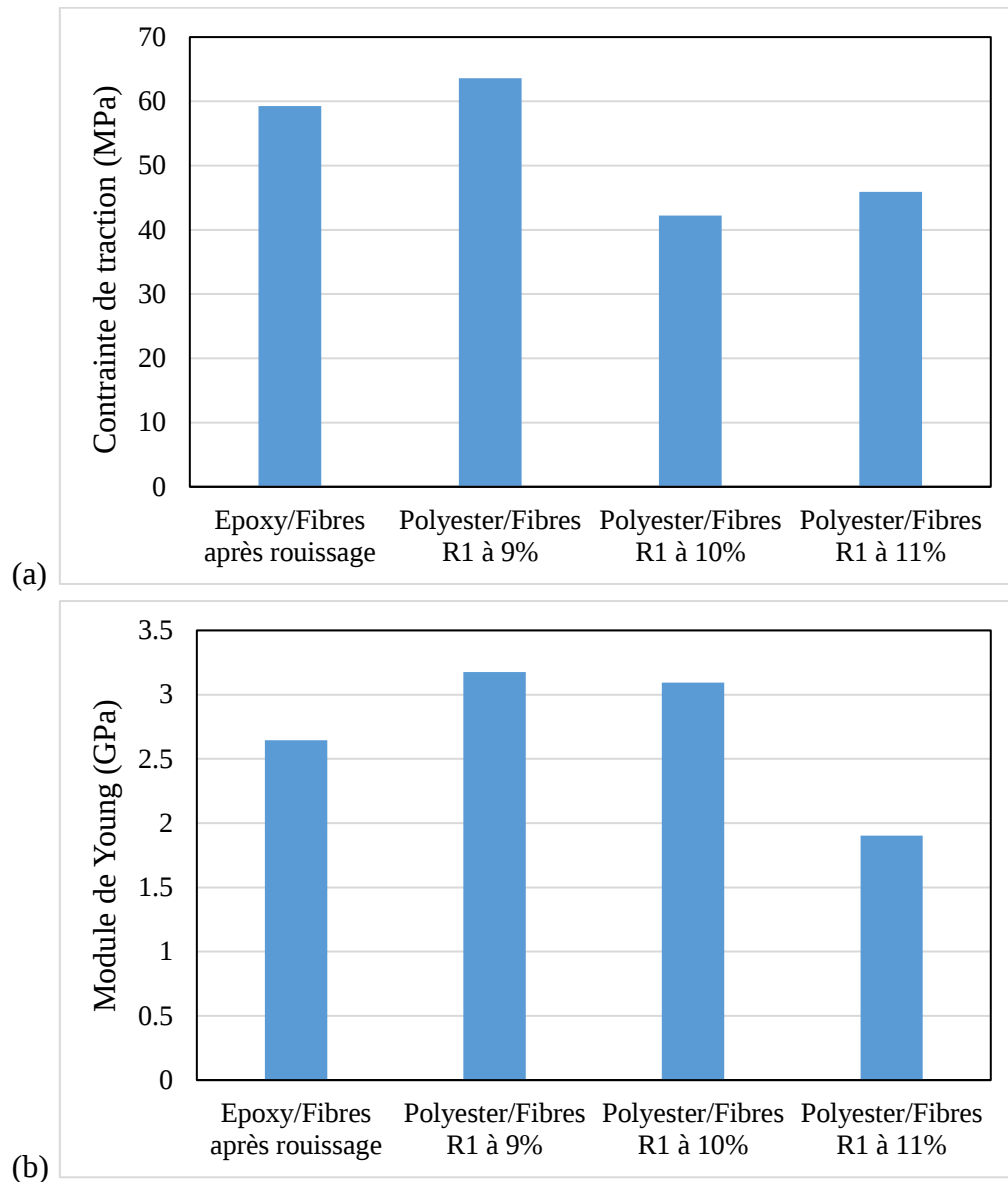


Figure. 45. Histogramme : (a) Contraintes à la rupture, (b) Modules de Young.

D'après le Tableau 10, les meilleures propriétés mécaniques (contrainte à la rupture 63,59MPa et module de Young 3,17GPa) sont celles de la bio-composite fibre R1 à 9% / polyester. Suivi par le bio-composite du matériau 2 renforcé par des fibres extraites par un protocole naturel (rouissage à l'eau distillé) avec une contrainte à la rupture de 59.24MPa et un module de Young de 2.64GPa.

	Contrainte à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Epoxy / Fibres après le rouissage	59,24	2,6453	1.53
Polyester / Fibres R1 à 9%	63,59	3,1764	1.60
Polyester / Fibres R1 à 10%	42,21	3,0926	1.07
Polyester / Fibres R1 à 11%	45,91	1,9036	1.64

Tableau 10 : Comparaison des propriétés mécanique des bio-composites.

Afin de connaître le comportement des matériaux bio-composites à l'usinage, sur ce qui suit des tests ont été réalisés sur les deux bio-composites donnant les meilleurs résultats en traction mécanique. Il s'agit :

Le bio-composite 1 : c'est un composite polyester/fibres R1 à 9%.

Le bio-composite N°2, c'est composite époxy / fibres issues de l'extraction naturelle par rouissage à l'eau distillé.

IV.2.4. Usinage des matériaux bio-composites

Les bio-composites renforcés des fibres naturelles deviennent une réalité industrielle grâce à plusieurs avantages économiques, écologiques et aussi comportement mécaniques [117,118]. Ces facteurs ont motivé les chercheurs scientifiques et les industrielles à explorer de nouvelles méthodes d'optimisation des procédés de fabrication [74] [115]. Ainsi, les opérations de finition des composites sont devenues une nécessité. Cependant, l'opération de finition est pratiquement très difficile et repose toujours sur des règles empiriques [116] [117] car les mécanismes physiques ne sont pas bien maîtrisés.

Ceci est dû, d'une part, à la structure complexe multi-échelle des fibres naturelles qui se présente en tant que murs de parois cellulaires de fibres cellulosiques [122]. La cristallinité des microfibrilles cellulosiques, la forme des parois cellulaires et aussi la croissance et les conditions d'extraction génèrent une grande variabilité des propriétés mécaniques de la fibre naturelle [117,122,123]. D'autre part, la structure particulière du renforcement des fibres naturelles à l'intérieur des bio-composites doit être prise en compte car les fibres naturelles sont

rassemblées dans des faisceaux de plusieurs micro-fibrilles. Cela a bien été montré dans la deuxième partie (section II.4) est même démontré dans des travaux antérieurs [124]. Par conséquent, le processus de coupe sollicitera quatre phases différentes :

1. La matrice polymère,
2. L'interface fibre/matrice,
3. Les fibres élémentaires naturelles,
4. Les interfaces entre les fibres élémentaires.

Les opérations d'usinage programmées sont le fraisage et le perçage. Notre investigation sera concentrée d'une part sur l'analyse des efforts de coupe en fonction des vitesses de coupe, et d'autre part sur l'analyse de l'état des surfaces usinées.

IV.2.4.1. La machine-outil et la table KISTLER

La machine utilisée pour les deux opérations d'usinage est une fraiseuse numérique à 3 axes (Figures 46). La broche a un mouvement de déplacement sur les trois axes. La vitesse de rotation et les vitesses d'avance de la broche sont programmées sur un ordinateur.



Figure. 46. Le montage sur la machine d'usinage.

Pour la mesure des efforts de coupe, une table KISTLER est utilisée. Cette dernière est installée sur la table de la machine à l'aide de boulons de fixation (voir Figure 46).

La table KISTLER est équipée de 4 capteurs de force piézoélectrique placés sur ces quatre coins (voir Figure 47) afin de mesurer les forces de coupe tridimensionnelles (F_x , F_y et F_z) et le moment sur l'axe (Z).

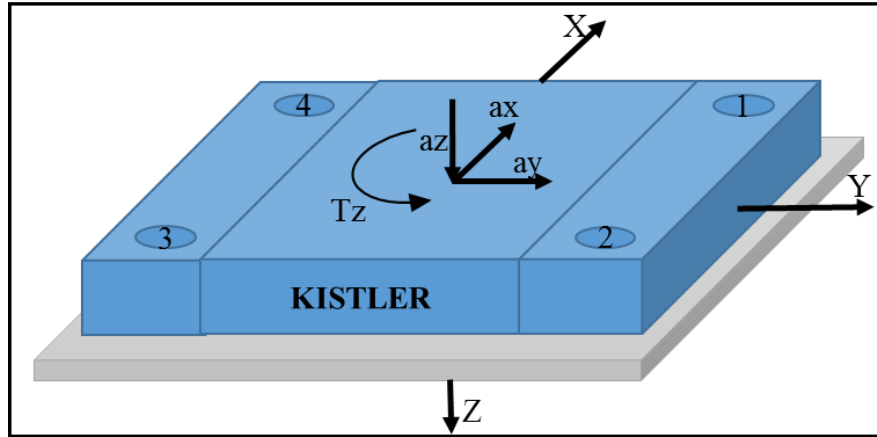


Figure. 47. Schéma générale de la table KISTLER

Une plaque en aluminium est ensuite fixée sur la table KISTLER sur laquelle sera fixé le matériau bio-composite à usiner. Des essais de manipulation sont testés afin de vérifier que le fonctionnement de la machine à vide (mouvement de déplacement et de rotation de la broche) ne provoque pas de perturbations dans l'acquisition des résultats. Les tests étant concluants, les essais d'usinage ont été programmés.

IV.2.4.2. Fraisage des plaques (Contournage)

Les essais d'usinage ont été réalisés à l'aide d'un procédé de fraisage (contournage). Pour cela l'outil de coupe utilisé est une fraise à trois dents (Figure 48) diamètre 8 mm de marque DIXI 7543 SANDVIK avec la référence: 452.1-0417-044A0-CM H10F. Cet outil est destiné à l'usinage des matériaux composites très abrasifs comme les composites à renfort à fibres de carbonés ou bien de fibres de verre.



Figure. 48. Outils de coupe fraise à trois dentures (8mm).

- L'usinage en aval (la direction de l'arête de coupe est en opposition à la direction d'avance de l'outil) est le plus adapté pour les matériaux composites. Cela est dû aux faibles efforts de coupe et à la bonne qualité de l'état de surface obtenu [125].
- Un deuxième type d'usinage est possible, c'est l'usinage en opposition. La direction de l'arête de coupe coïncide avec celle de l'outil. Ce type d'usinage provoque des arrachements inhérents à l'usinage des matériaux composites. Ce qui entraîne une qualité moyenne de la surface usinée [99,100,104,125,126].

Pour cela, le type d'usinage préconisé sera le fraisage en aval.

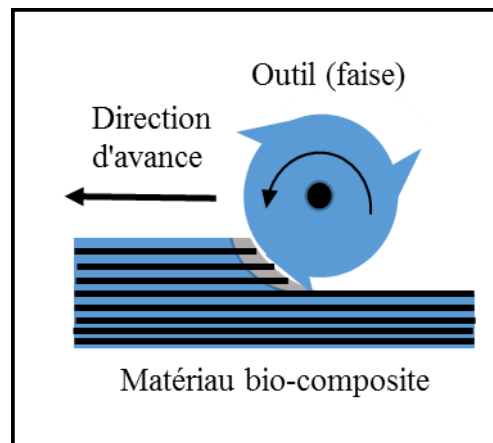


Figure. 49. Schéma de l'usinage.

Le fraisage a été effectué sur le contour de la plaque bio-composite. Suivant la longueur, la direction d'avance de l'outil est parallèle aux fibres. Suivant la largeur, la direction d'avance de l'outil est perpendiculaire aux fibres. Les efforts de coupe enregistrés sur les trois axes (X, Y et Z) sont portés sur la figure.

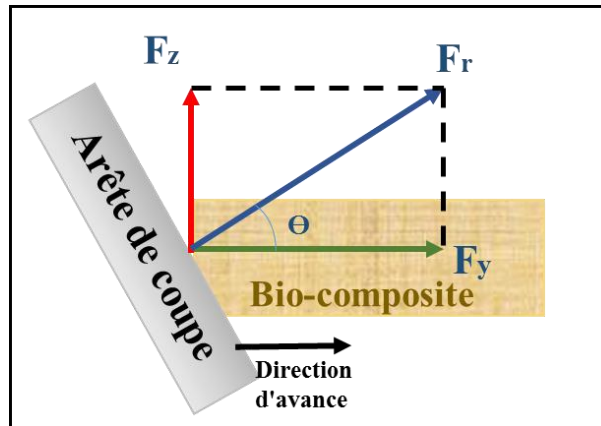


Figure. 50. Schématisation de l'effet d'angle de l'hélice sur les composants de la force de coupe dans le plan (Y, Z).

- **Les matériaux utilisés pour l'usinage :** Comme cité précédemment (section IV.2.3.), les deux composites donnant les meilleurs résultats en traction, sont :

Le bio-composite N°1, c'est un composite polyester/fibres R1 à 9%.

Le bio-composite N°2, c'est composite époxy / fibres issues de l'extraction naturelle par rouissage à l'eau distillé.

Ils seront tous deux testés en usinage (fraisage).

- **Les paramètres d'usinage :** sont donnés dans le Tableau 11.
 - L'avance «*a*» a été fixée à 2mm : cette valeur a été choisie suite à plusieurs essais avec des avances de 2, 4 et 6mm. Les essais les plus concluants, donnant les meilleurs états de surface sont ceux relatifs à 2mm.
 - La vitesse de rotation de la broche : la valeur préconisée est 3943tours/min selon le tableau de la fraiseuse.
 - La vitesse d'avance de l'outil : elle varie de 5 à 35 mm/s avec un pas de 5 mm/s. Le but étant de trouver la valeur optimale de la vitesse de l'outil de coupe qui correspond aux efforts de coupe les plus faible.

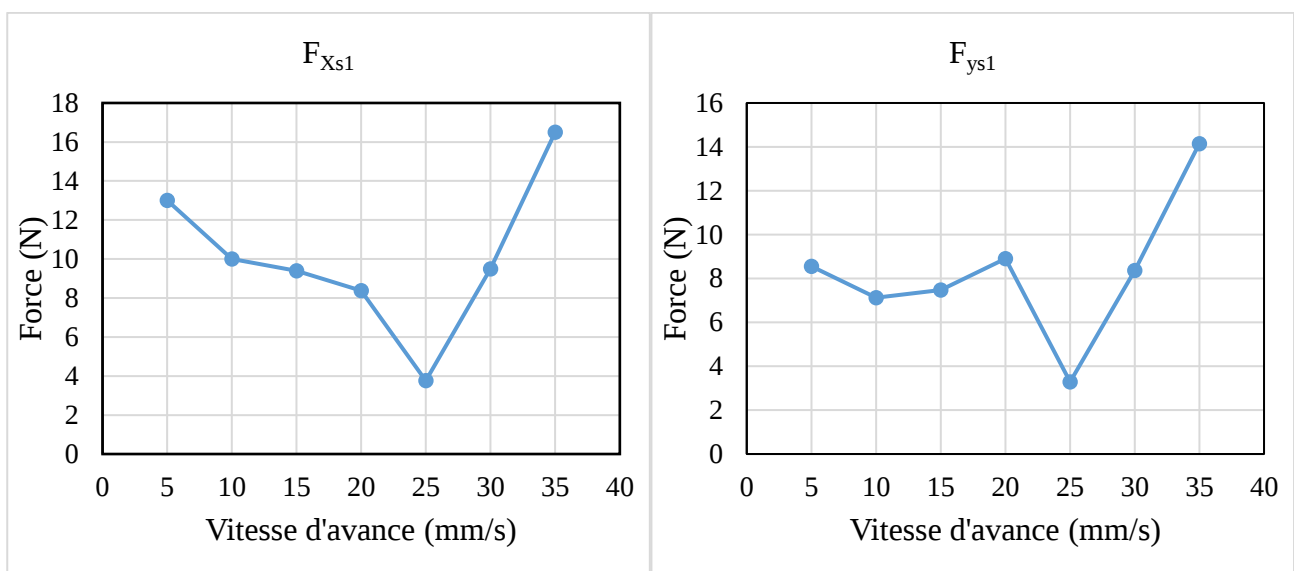
Les paramètres de coupe sont résumés dans le Tableau 11 :

a (mm)	N (tour/min)	f (mm/s)
2	3943	5
2	3943	10
2	3943	15
2	3943	20
2	3943	25
2	3943	30
2	3943	35

Tableau 11 : Les conditions d'usinage par fraisage.

➤ **Passage de l'outil dans le sens des fibres (composite N°1)**

Les graphes de la Figure 51 montrent la variation des efforts de coupe (F_x , F_y et F_z) en fonction de la vitesse d'avance. Les efforts de coupe diminuent avec l'augmentation de la vitesse jusqu'à la valeur de 25 mm/s. Au-delà de cette valeur, une augmentation rapide est enregistrée des efforts suivant X et Y. Le mode d'usinage en aval génère des forces de coupe radiales supérieures, cela explique que les efforts F_x sont les plus importants par rapport aux deux autres. On constate également que les efforts minimaux enregistrés correspondent à la vitesse d'avance de 25mm/s, qui semble être la valeur optimale pour le matériau bio-composite N°1.



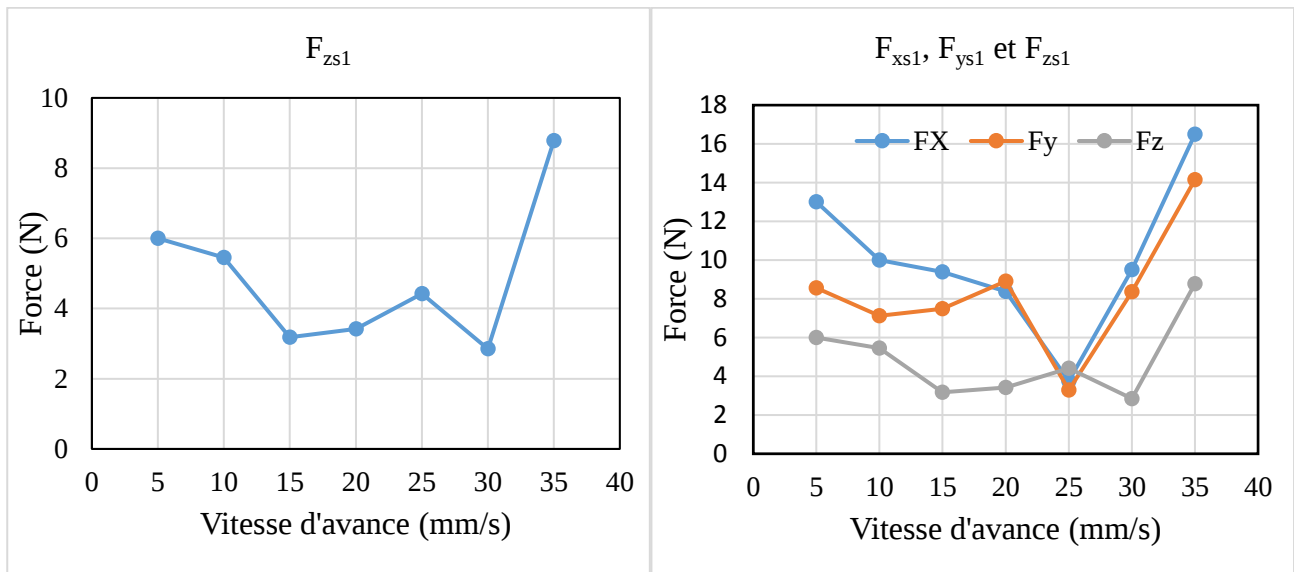


Figure. 51. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction parallèle aux fibres pour le bio-composite N°1.

➤ **Passage de l'outil dans le sens perpendiculaire aux fibres (bio-composite N°1)**

Les graphes de la Figure 52 montrent la variation des efforts de coupe (F_x , F_y et F_z) en fonction de la vitesse d'avance. On constate que les efforts de coupe sont proportionnels à la vitesse d'avance de l'outil dans tous les cas.

On constate une augmentation progressive des efforts de coupes jusqu'à la vitesse d'avance de 30mm/s pour les trois efforts. On note un cas particulier de F_x qui augmente significativement et atteint la valeur de 23.56N à la vitesse d'avance de 35 mm/s. Les efforts maximums sur les deux autres axes (Y et Z) ne dépassent pas 12.80N et 9.84N respectivement à la vitesse d'avance de 35 mm/s.

Il est évident que les efforts minimums dans ce cas de figure (usinage en aval dans le sens perpendiculaire aux fibres) correspondent à la vitesse de 5mm/s pour les efforts de coupes F_x et F_y . L'effort F_z est presque constant (palier).

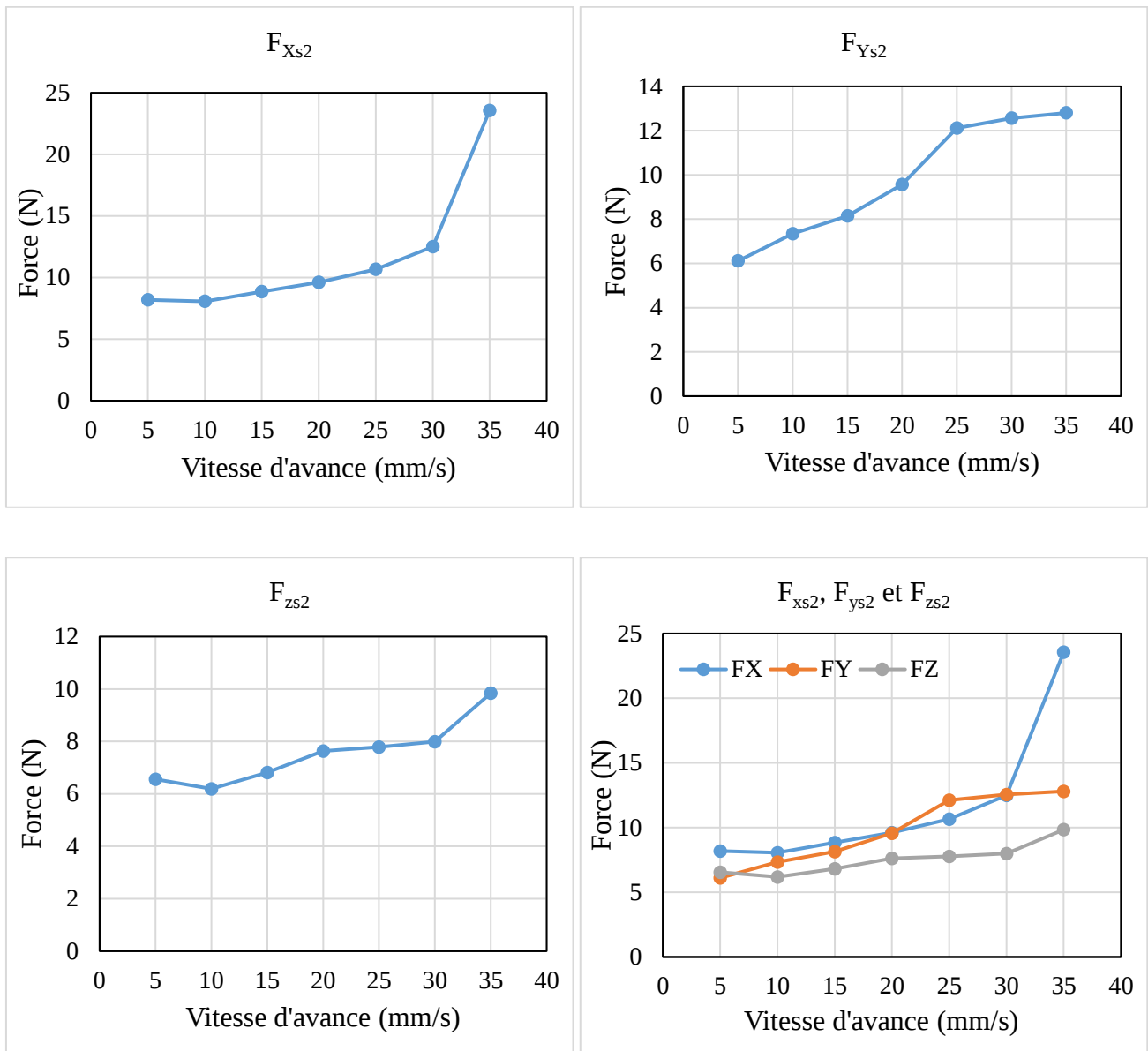


Figure. 52. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction perpendiculaire aux fibres pour le bio-composite N°01.

Le Tableau 12 récapitule tous les efforts de coupe dans le cas du bio-composite N°1. L'indice s1 indique que le sens de l'avance est parallèle aux fibres. L'indice s2 indique que le sens de l'avance est perpendiculaire aux fibres.

f (mm/s)	F_x (N)		F_y (N)		F_z (N)		F_{Rs1}	F_{Rs2}
	F_{xs1}	F_{xs2}	F_{ys1}	F_{ys2}	F_{zs1}	F_{zs2}		
5	13	8,19	8,56	6,11	6	6,56	16,68	12,14
10	10	8,06	7,12	7,34	5,45	6,19	13,43	12,53
15	9,39	8,84	7,48	8,14	3,18	6,81	13,18	13,81
20	8,38	9,61	8,91	9,56	3,42	7,63	12,70	15,55
25	3,76	10,66	3,29	12,12	4,42	7,78	6,67	17,91
30	9,5	12,5	8,36	12,56	2,85	7,99	12,97	19,43
35	16,5	23,56	14,15	12,8	8,78	9,84	23,44	28,56

Tableau 12 : Efforts de coupe de fraisage (bio-composite N°1).

A partir du Tableau 12, on détermine la vitesse optimale pour le fraisage du contour pour la plaque bio-composite N°1, qui est **25mm/s**.

➤ Passage de l'outil dans le sens des fibres (bio-composite N°2)

Les mêmes paramètres de coupe du Tableau 11 sont utilisés pour le bio-composite N°2. Les graphes de la Figure 53 montrent la variation des efforts de coupe en fonction de la vitesse d'avance. On constate que les efforts de coupe (F_x , F_y et F_z) sont proportionnels à la vitesse d'avance de l'outil.

On observe également une augmentation progressive des efforts de coupes jusqu'à la vitesse d'avance de 30mm/s pour les trois efforts. Des cas particuliers sont à noter :

- L'effort de coupe F_x reste stable pour les vitesses d'avance de 30 et 35mm/s avec une valeur de 37.35N.
- Les efforts F_y et F_z diminuent au-delà de la vitesse de 30mm/s (Tableau 13).

Les efforts de coupe minimums dans ce cas d'usinage (usinage en aval) sont enregistrés pour la vitesse d'avance de 5mm/s.

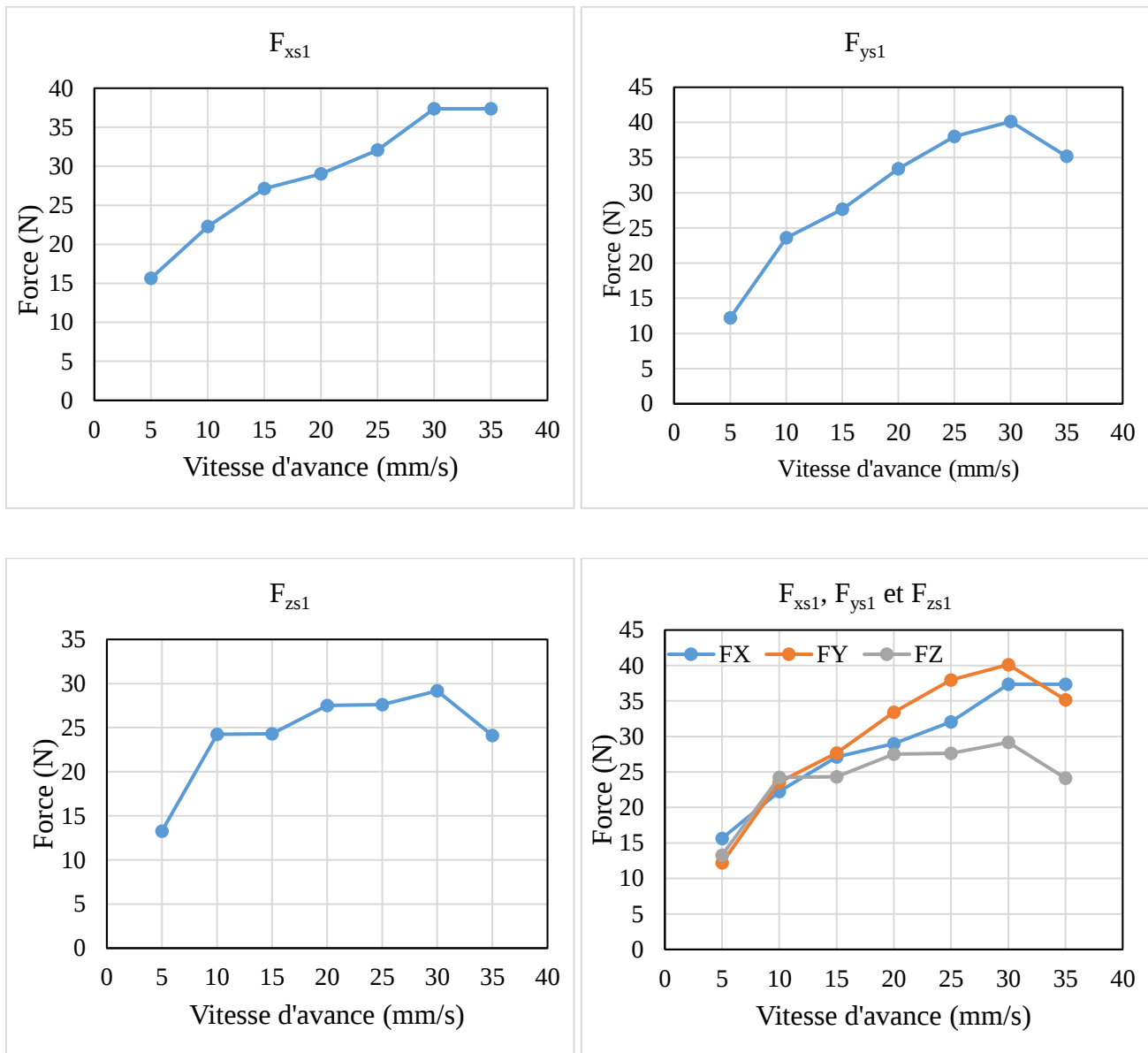


Figure. 53. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction parallèle aux fibres pour le bio-composite N°02.

➤ **Passage de l'outil dans le sens perpendiculaire aux fibres (bio-composite N°2)**

Les graphes de la Figure 54 montrent la variation des efforts de coupe en fonction de la vitesse d'avance. On constate globalement le même comportement que celui du bio-composite N°1, à savoir que les efforts de coupe (F_x , F_y et F_z) sont proportionnels à la vitesse d'avance de l'outil jusqu'à la vitesse d'avance de 20mm/s. Cependant, on remarque les points suivants :

- Les efforts F_x et F_z commencent à diminuer à partir de la vitesse d'avance de 20mm/s.

- L'effort F_y reste stable (en moyenne 40N) dans la gamme des vitesses d'avance entre 20 et 30mm/s, puis diminue à une valeur de 34N pour la vitesse d'avance de 35mm/s.

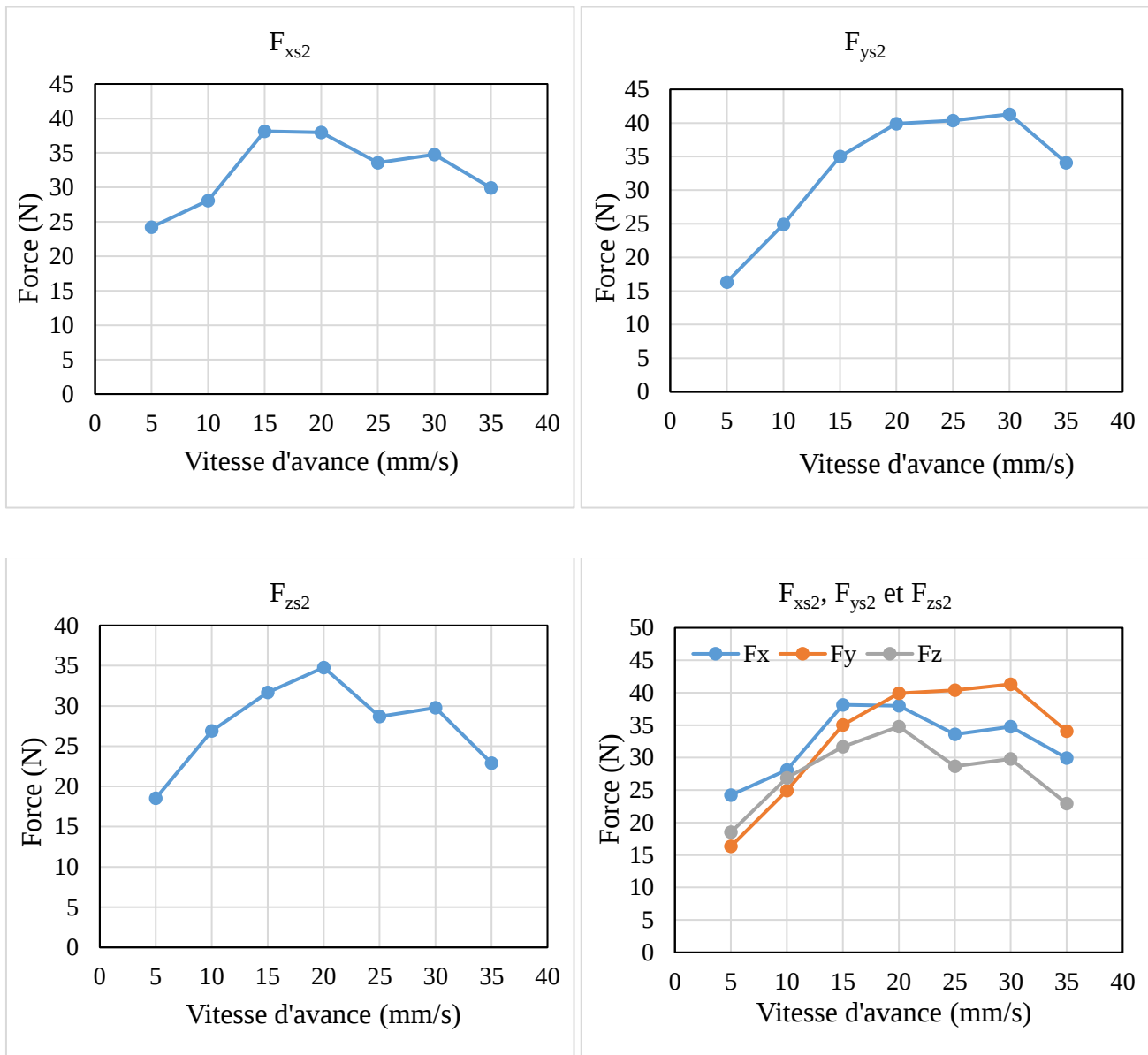


Figure. 54. Les efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z) dans la direction perpendiculaire aux fibres pour le bio-composite N°02.

Le tableau 13 récapitule tous les efforts de coupe dans le cas du bio-composite N°2. L'indice s1 indique que le sens de l'avance est parallèle aux fibres. L'indice s2 indique que le sens de l'avance est perpendiculaire aux fibres.

f (mm/s)	F_x (N)		F_y (N)		F_z (N)		F_{Rs1} (N)	F_{Rs2} (N)
	F_{xs1}	F_{xs2}	F_{ys1}	F_{ys2}	F_{zs1}	F_{zs2}		
5	15,65	24,23	12,2	16,33	13,28	18,51	23.87	34.58
10	22,26	28,09	23,58	24,92	24,23	26,88	40.47	46.17
15	27,13	38,14	27,66	35,02	24,32	31,68	45.74	60.70
20	29,01	37,97	33,42	39,9	27,53	34,78	52.11	65.14
25	32,08	33,57	37,97	40,38	27,62	28,67	56.86	59.82
30	37,36	34,75	40,12	41,3	29,17	29,79	62.09	61.64
35	37,35	29,94	35,16	34,08	24,12	22,9	56.68	50.81

Tableau 13 : Efforts de coupe de fraisage (bio-composite N°2).

A partir du Tableau 13, on détermine la vitesse optimale pour le fraisage du contour pour la plaque bio-composite N°2, qui est **5mm/s**.

En comparant les efforts de coupe enregistrés lors de l'usinage suivant la direction parallèle aux fibres dans les deux matériaux bio-composites (Figure 55), il est clairement observé que les efforts de coupe dans le bio-composite N°2 sont nettement supérieurs (de l'ordre de 3 fois dans le sens **s1** et 2 fois dans le sens **s2**) à ceux enregistrés dans le bio-composite N°1.

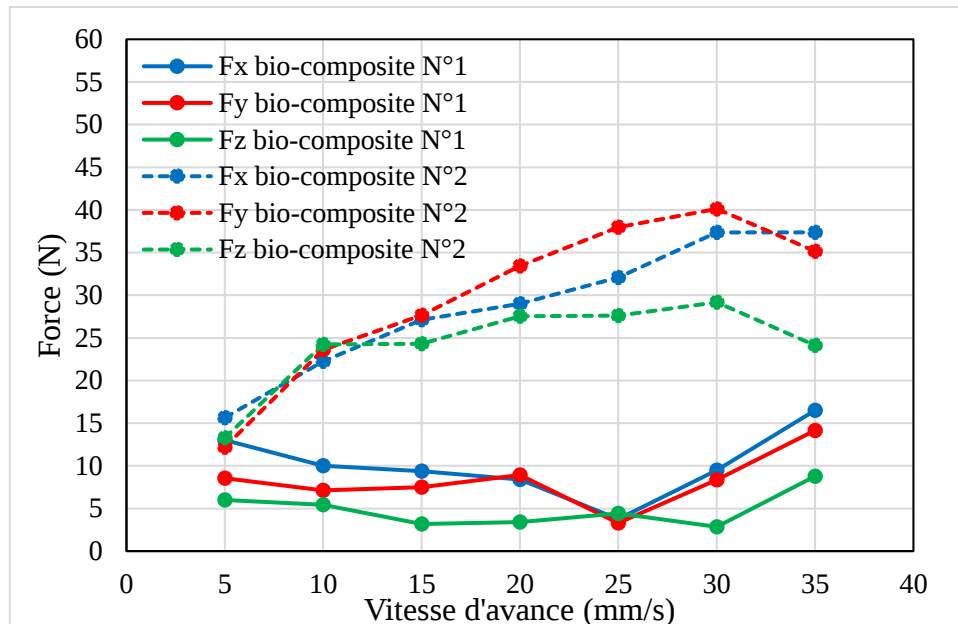


Figure. 55. Efforts de coupe dans la direction parallèle aux fibres des deux bio-composites.

La même constatation est observée en comparant les efforts de coupe enregistrés lors de l'usinage suivant la direction perpendiculaire aux fibres dans les deux matériaux bio-composites (Figure 56). En effet, les efforts de coupe dans le bio-composite N°2 sont nettement supérieurs à ceux enregistrés dans le bio-composite N°1.

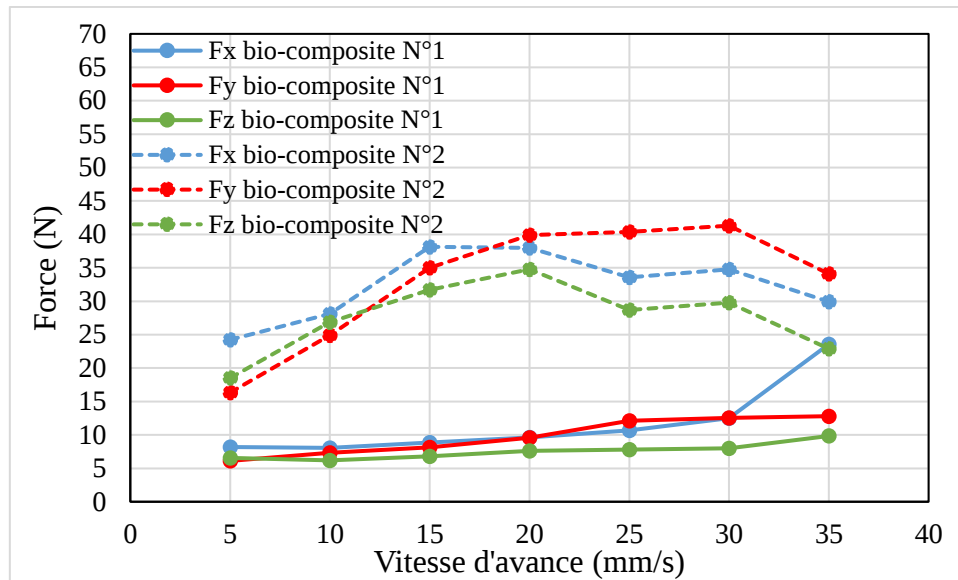


Figure. 56. Efforts de coupe dans la direction parallèle aux fibres.

L'analyse des deux Figures 55 et 56, et des observations énoncées ci-dessus, signifient que le bio-composite N°2 présente une plus grande résistance à l'usinage par rapport au bio-composite N°1. Cette différence de résistance s'explique fort probablement par le fait que les fibres et les interfaces fibre/matrice des deux matériaux sont différentes car :

- D'une part, les paramètres de coupe sont les mêmes,
- Et d'autre part, les caractéristiques mécaniques des deux résines sont presque identiques (section IV.2.2.2).

IV.2.4.3. Perçage des plaques

Les essais de perçage ont été réalisés à l'aide d'un outil (mèche de perçage) de diamètre 4mm, de marque SANDVIK DIXI 7273 (Figure 57). L'outil est généralement utilisé pour percer des matériaux très abrasifs (généralement des plaques en matériaux composites à base de fibres de carbone).

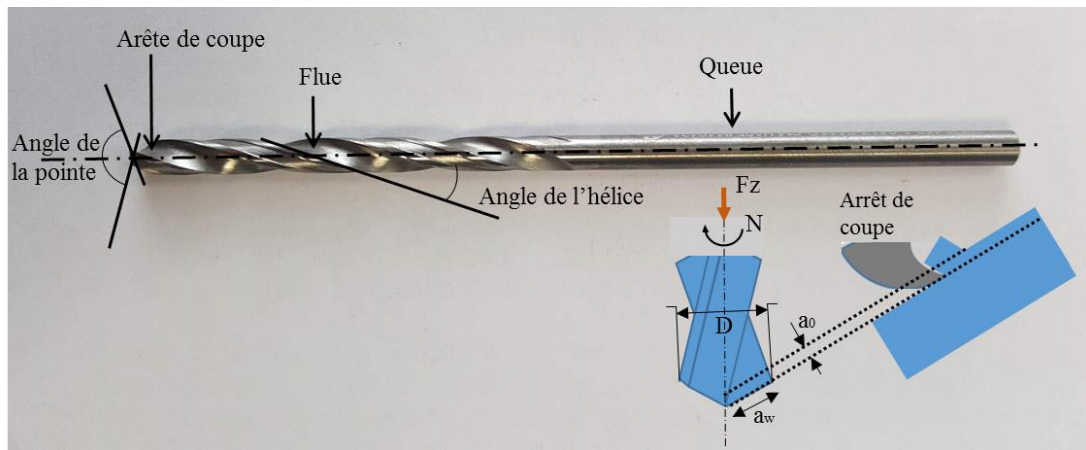


Figure. 57. Outils de coupe : foret à deux dents.

Les matériaux utilisés

Idem que dans la partie fraisage, les matériaux utilisés pour le perçage sont **le bio-composite N°1 et le bio-composite N°2**.

- **Les paramètres d'usinage**

Les études bibliographiques relatives à l'usinage des matériaux bio-composites à base de fibres naturelles étant rares, les paramètres d'usinage choisis [127] sont identiques à ceux utilisés pour le perçage des plaques composites à base de fibres de verres car les caractéristiques mécaniques des deux familles de fibres sont proches. Cette partie expérimentale relative à l'étude du procédé d'usinage par perçage a pour objectif principal la détermination des paramètres de coupe optimaux. Ces paramètres devront donner les meilleurs états de surface possibles des trous avec des moments de coupe acceptables (les plus faibles moments possibles). Afin d'atteindre cet objectif, plusieurs perçages ont été réalisés avec plusieurs vitesses d'avance et de rotation. La méthode entreprise est la suivante : fixer le 1^{er} paramètre (la vitesse de rotation du foret) et faire varier le 2^{ème} paramètre (avance de l'outil) comme le montre le Tableau 14.

f (mm/s)	N_1 (tours/min)	N_2 (tours/min)	N_3 (tours/min)
1	1986	3086	5966
2	1986	3086	5966
3	1986	3086	5966

Tableau 14 : Paramètres de perçage.

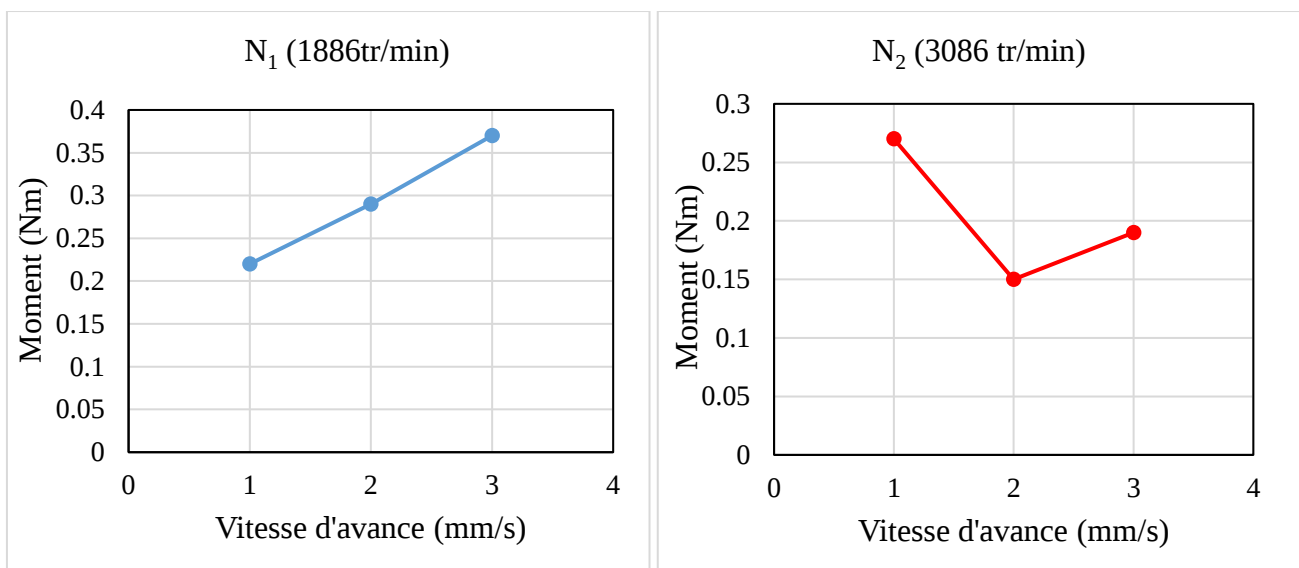
Les paramètres à étudier sont donc :

- Les moments de coupe lors du perçage,
- Les états de surface des trous usinés.

➤ Usinage du bio-composite N°1

Les graphes de la Figure 58 montrent la variation du moment de coupe (M_z) en fonction de la vitesse de rotation et de la vitesse d'avance de l'outil. On constate que le moment de coupe pour la vitesse de rotation N_1 est proportionnel à la vitesse d'avance de l'outil. Par contre, M_z correspondant à la vitesse de rotation N_2 diminue lorsque l'avance augmente. Néanmoins on constate une légère augmentation de M_z lorsqu'on passe de la vitesse d'avance de 2 à 3 mm/s. Pour ce qui est de M_z relatif à N_3 , celui-ci reste pratiquement constant.

Le M_z minimal dans ce cas d'usinage (perçage) est enregistré pour la vitesse de rotation N_2 (3086tours/min) et la vitesse d'avance de 2mm/s.



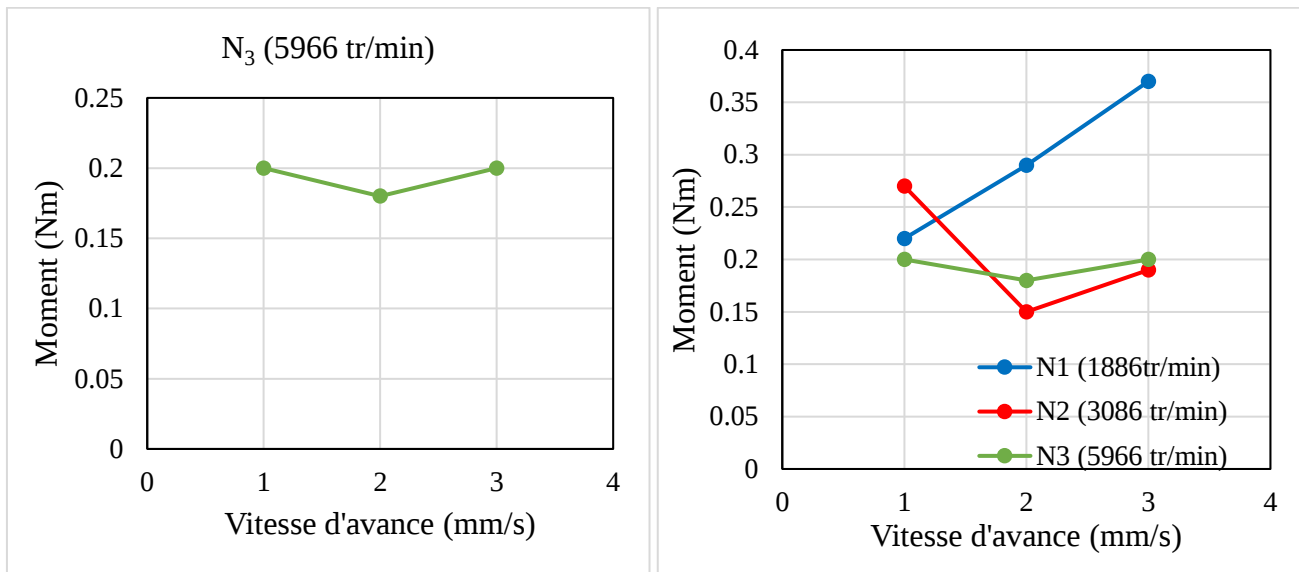


Figure. 58. Moments de coupe pour les trois vitesses de rotation ($N_1 = 1886 \text{ tr/min}$, $N_2 = 3086 \text{ tr/min}$, $N_3 = 5966 \text{ tr/min}$) dans le cas du perçage du bio-composite N°1.

➤ Usinage du bio-composite N°2

Les mêmes paramètres de coupe du Tableau 11 sont utilisés pour le bio-composite N°2. Les graphes de la Figure 59 montrent la variation des moments de coupe en fonction de la vitesse de rotation et la vitesse d'avance. On constate que le moment de coupe pour la vitesse de rotation N_1 augmente lorsque la vitesse d'avance passe de 1 à 2 mm/s. Puis une légère diminution de M_z est constatée lorsque l'avance passe à 3 mm/s. Pour la vitesse de rotation N_2 , une diminution de M_z est observée lorsque la vitesse d'avance passe de 1 à 2 mm/s. puis une faible augmentation de M_z est enregistrée à l'avance de 3 mm/s. Enfin, M_z augmente proportionnellement avec la vitesse d'avance de l'outil lorsque la vitesse de rotation N_3 est appliquée.

Le M_z minimal dans ce cas est enregistré pour la vitesse de rotation N_3 (5966 tours/min) et la vitesse d'avance de 1 mm/s.

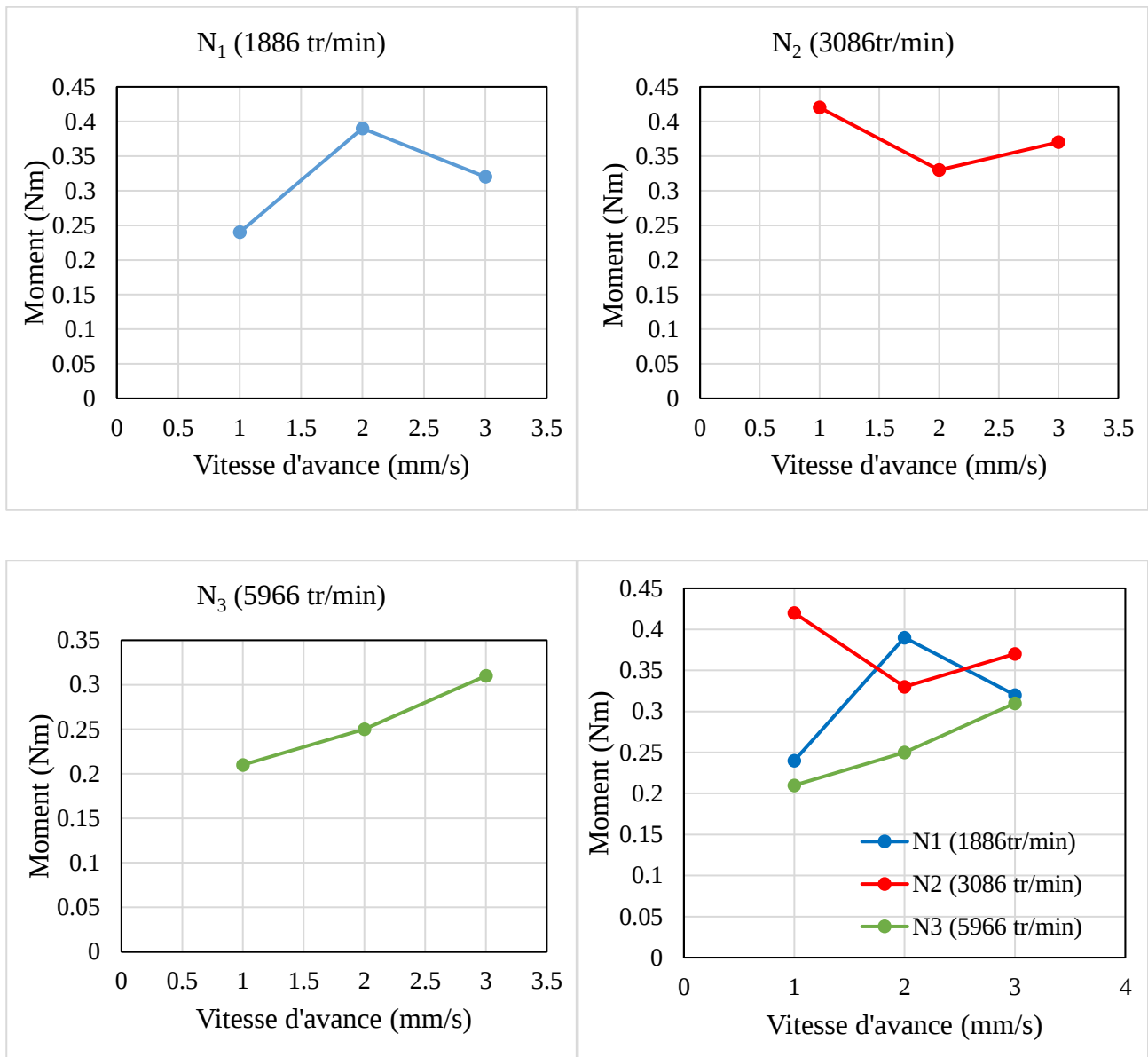


Figure. 59. Moments de coupe pour les trois vitesses de rotation (N_1 =1886tr/min, N_2 =3086tr/min, N_3 =5966tr/min) dans le cas du perçage du bio-composite N°2.

La Figure 60 représente les moments de coupe minimaux M_z en fonction des vitesses d'avances pour le bio-composite N°1 à la vitesse de rotation N_2 =3086tours/min et le composite N°2 à la vitesse de rotation N_3 =5966tours/min.

D'après les résultats trouvés ci-dessus, et pour les mêmes paramètres de coupe, on constate que les plus grands moments de coupe sont toujours enregistrés dans le bio-composite N°2. Cela signifie que le bio-composite N°2 présente une plus grande résistance au perçage par rapport au bio-composite N°1. Cela conforte les résultats déjà énoncés dans le fraisage où nous avons

conclu que cette différence de résistance s'expliquait fort probablement par le fait que les fibres et les interfaces fibre/matrice des deux matériaux sont différentes.

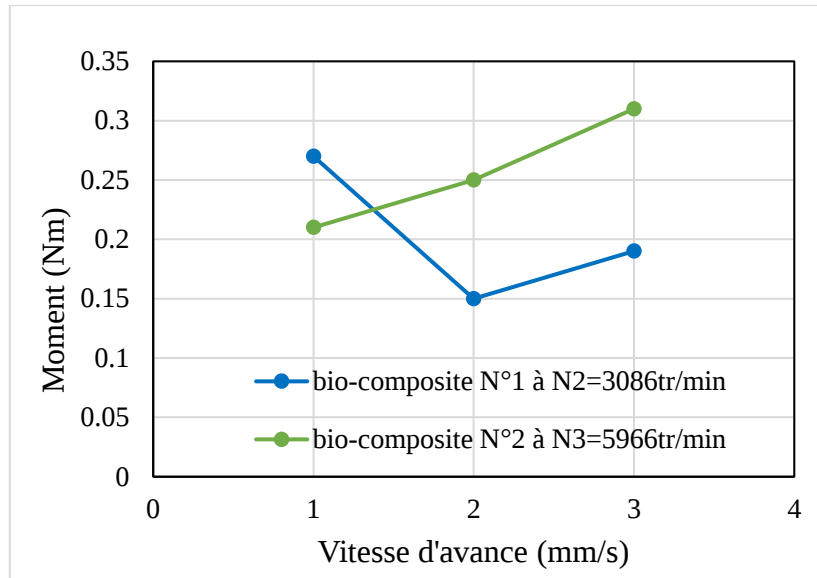


Figure. 60. Moments de coupe pour le bio-composite N°1 à la vitesse de rotation $N_2=3086$ tours/min et le composite N°2 à la vitesse de rotation $N_3=5966$ tours/min.

IV.2.4.4. Défauts de perçage

- Défaut de perçage dans le bio-composite N°1

La Figure 61 présente des images microscopiques des trous après l'usinage du bio-composite N°1 à la vitesse de rotation optimale N_2 (3086 tours/min). L'analyse de la figure 61(a) montre que le trou percé avec la première vitesse d'avance ($f=1$ mm/s) contient des défauts sur sa circonférence et la présence de fibres non-coupées est observée. L'image de la figure 61(b) montre que le trou obtenu avec la deuxième vitesse d'avance f (2 mm/s) est parfaitement circulaire sans aucun défaut à signaler. Par contre, on observe sur la figure 61(c) que le trou obtenu avec la troisième vitesse d'avance f (3 mm/s) est circulaire mais contient quelques défauts (débordement de fibres dénudées, quelques surfaces de délaminage observées entre les deux couches car la résine est translucide Figure 61(d)).

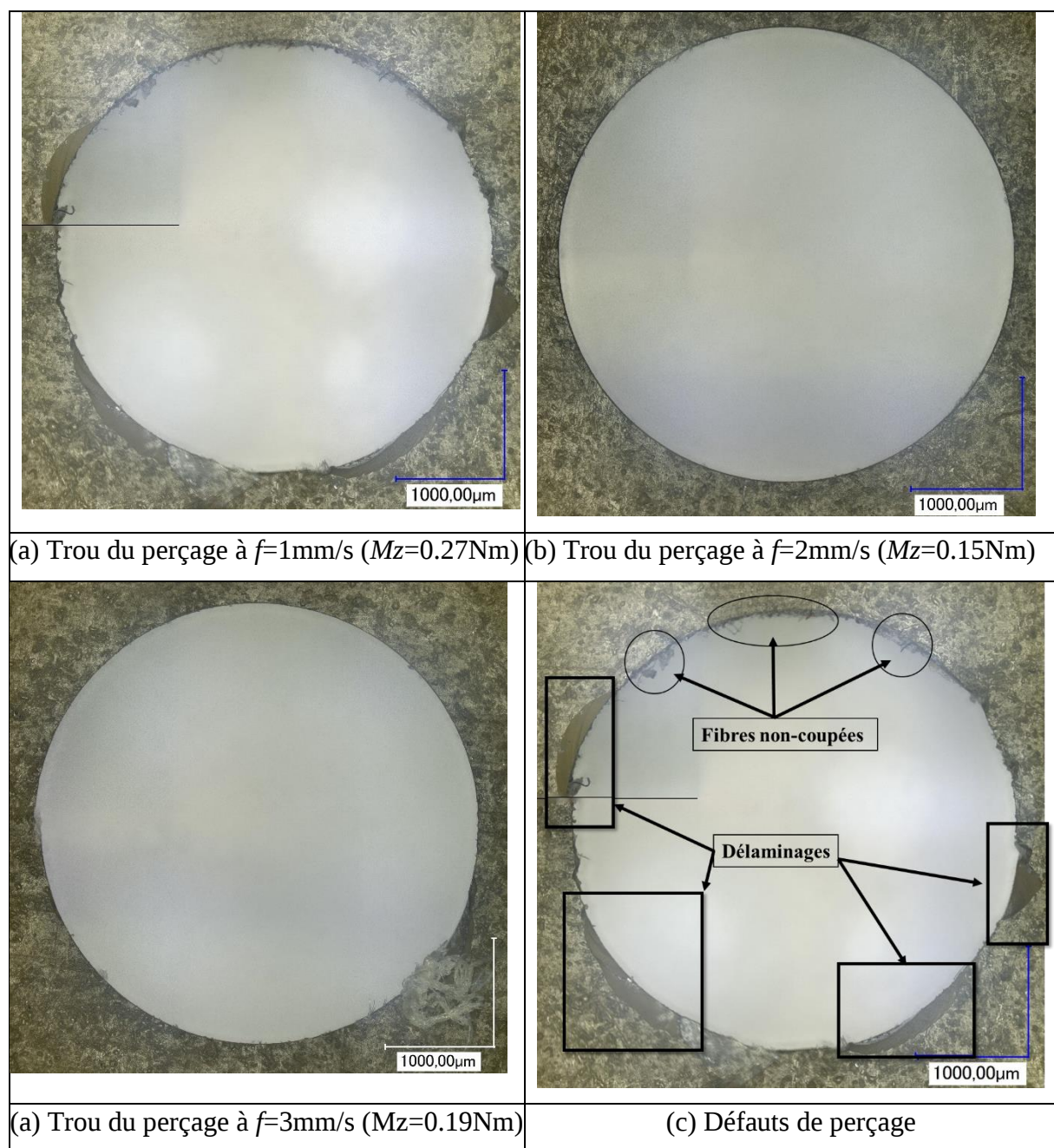


Figure. 61. Observations microscopique sur les trous.

- Défaut de perçage dans le bio-composite N°2

La Figure 62 présente des images microscopiques des trous après l'usinage du bio-composite N°2 à la vitesse de rotation optimale N₃ (5066tours/min). L'analyse des figures 62(a) et (b) montre que les trous percés avec les deux premières vitesses d'avance f (1 et 2mm/s) sont de bonnes qualités (bon état de surface et absence de défauts). Cependant, l'image de la Figure 62(c) montre des défauts sur la circonférence du trou. En effet, dans ce cas, l'augmentation de l'avance f (mm/s) génère une multiplication de défauts de perçage (défauts de circularité,

cylindricité, défauts en entrée, en sortie et sur la paroi du trou, écrasements et cassures en bord de trou qui s'amplifient avec l'augmentation des moments de coupe).

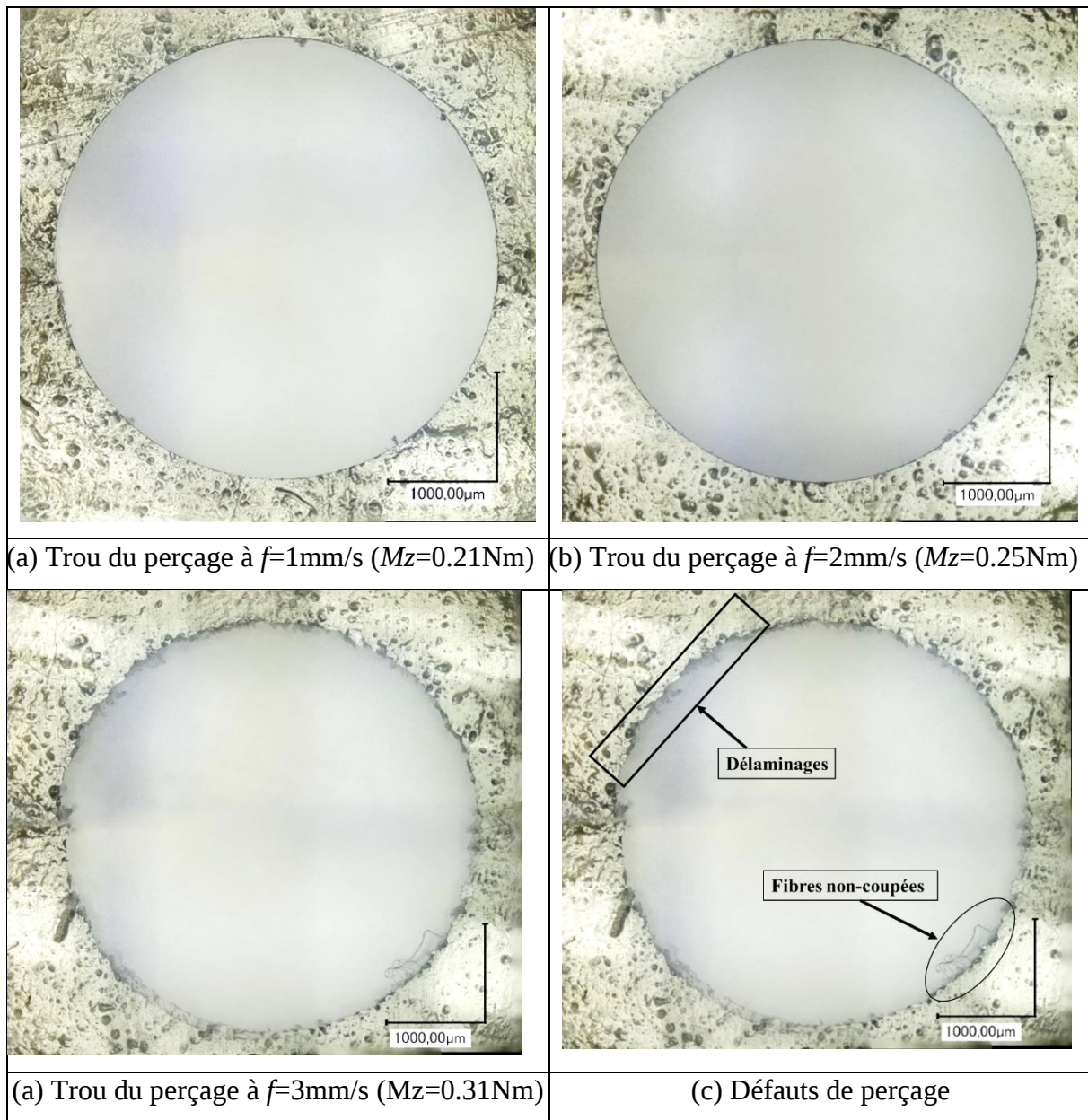


Figure. 62. Observations microscopique sur les trous.

IV.3. Conclusion du chapitre IV

Le chapitre a présenté un travail expérimental sur les matériaux bio-composites réalisés à base de fibres d'Alfa. Le procédé de mise en forme par le moulage au contact a été mise en place pour obtenir les plaques. Une caractérisation mécanique en traction des matériaux s'en est

suivie. Par la suite, le comportement des bio-composites en usinage a été étudié afin de déterminer les paramètres intrinsèques des matériaux (efforts et moments de coupe pour les deux types d'usinage, le fraisage et le perçage respectivement). Des observations microscopiques des défauts de perçage dues aux différents paramètres d'usinage ont été effectuées. Cela a permis de faire les conclusions suivantes :

- Les propriétés mécanique en traction des bio-composites sont affectées directement par les protocoles de traitements d'extraction utilisés. La variation des propriétés entre les différents matériaux est due principalement à l'architecture des fibres (diamètre et l'état de surface).
- Le bio-composite de résine polyester renforcé de fibres R1 à 9% présente la résistance la plus élevée à la traction. Cependant, le bio-composite de résine époxy bio-sourcée présente une résistance plus faible (l'ordre de 7%).
- Même si les propriétés du bio-composite de résine époxy bio-sourcée sont plus faible, celui-ci présente une meilleur approche écologique (ce matériau respecte l'environnement à un niveau plus élevé).
- L'usinage en fraisage du bio-composite N°1 présente de faibles efforts de coupe sur les trois axes (X, Y et Z). Par contre, les efforts de coupe dans le bio-composite N°2 sont plus grands par rapport bio-composite N°1, de l'ordre de 2 à 4 fois.
- Le perçage des bio-composites engendre des moments presque identiques quel que soit le matériau utilisé :
 - * Pour le bio-composite N°1, les trous percés de bonne qualité (parfaitement circulaire et sans aucun défaut apparent) sont obtenus en utilisant la vitesse d'avance f (2mm/s) et la vitesse de rotation N2 (3086tr/min).
 - * Pour le bio-composite N°2, les trous percés de bonne qualité sont obtenus en utilisant les vitesses d'avance f (1 et 2 mm/s) et la vitesse de rotation N3 (5966tr/min).
- Les défauts de perçage sont proportionnellement liés aux moments de coupe. Le délaminage et les fibres non-coupées sont dus à l'arrachement de la matrice et des fibres. Ce phénomène est lié directement aux remontées des copeaux qui frottent contre la paroi du trou de la plaque bio-composite.

Conclusion générale

Ce travail de thèse a abouti au développement et à la caractérisation de matériaux bio-composites à base de fibres d'Alfa. Cela a pu se faire grâce à plusieurs protocoles et techniques en suivant les étapes ci-dessous :

- Extraction des fibres d'Alfa par des méthodes naturelles, physiques et chimiques. Un traitement particulier est appliqué pour favoriser la séparation des fibres et l'élimination des résidus de composants non cellulositiques (post-traitement mécanique),
- Caractérisation mécanique des fibres par des tests de traction,
- Fabrication de plaques bio-composites avec plusieurs nuances (Polyester/Fibres R1 à 9%, Polyester/Fibres R1 à 10%, Polyester/Fibres à 11% et Epoxy/Fibres extraites par rouissage) en utilisant un moulage au contact,
- Caractérisation mécanique en traction des matériaux bio-composites élaborés et vérification de leurs tolérance à l'usinage en vue de leurs utilisations dans diverses applications industrielles.

A l'issues de la fabrication de plusieurs variétés de matériaux bio-composites à base de fibres d'alfa, et suite aux essais mécaniques de traction, nous avons constaté que quelques-unes d'entre elles ont de bonnes caractéristiques mécaniques comparables à celles des composites à base de fibres et de matrices chimiques (verre/polyester).

D'autre part, les matériaux bio-composites sélectionnés peuvent s'usiner facilement. En utilisant des paramètres de coupes normalisés, nous avons identifié les paramètres optimaux donnant des états de surfaces de très bonne qualité.

Nous considérons donc que l'objectif de cette thèse est atteint. En perspective, des travaux complémentaires doivent être menés, comme par exemple :

- Etudes des possibilités de conception de mats, nappes et tissus avec des fibres d'Alfa,
- Etude de l'influence du taux de fibres dans le matériau bio-composite,
- Etudes de l'influence de la stratification des couches (orientation des fibres dans chaque couche) sur les propriétés mécanique du bio-composite,
- Extension des études d'usinabilité de ce matériau à d'autres procédés d'usinage.
- Conception du modèle numérique pour la simulation du composite en usinage.

Références

- [1] P. Bouloc, *Le chanvre industriel: production et utilisations*, France Agricole Editions, 2006.
- [2] R.H. Hu, M.H. Jang, Y.J. Kim, Y.J. Piao, J.K. Lim, Fully degradable jute fiber reinforced polylactide composites applicable to car interior panel, in: *Adv. Mater. Res.*, Trans Tech Publ, 2010: pp. 1151–1154.
- [3] R. Boughriet, *Fibres végétales: de nouvelles applications prometteuses émergent*, Wwv Actu-Environ. Com Octobre 2009. (n.d.).
- [4] H.N. Rabetafika, M. Paquot, P. Dubois, Les polymères issus du végétal: matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique, *Biotechnol. Agron. Société Environ.* 10 (2006) 185–196.
- [5] M. Markmann, *Je m'habille bien, je m'habille bio*, Jouvence Pratiques, 2013.
- [6] J.-M. Michel, Contribution à l'histoire industrielle des polymères en France, *Société Chim. Fr.* Avril 2012. (2002).
- [7] M. Dallel, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*): caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2012.
- [8] W. Killman, L.T. Hong, *Le bois d'hevea: succes d'un sous-produit agricole*, Unasylyva FAO. (2000).
- [9] L. Gornet, *Généralités sur les matériaux composites*, (2008).
- [10] U. Riedel, J. Nickel, Natural fibre-reinforced biopolymers as construction materials—new discoveries, *Angew. Makromol. Chem.* 272 (1999) 34–40.
- [11] D.N. Saheb, J.P. Jog, Natural fiber polymer composites: a review, *Adv. Polym. Technol.* 18 (1999) 351–363.
- [12] R. Kozłowski, M. Muzyczek, B. Mieleniak, Upholstery fire barriers based on natural fibers, *J. Nat. Fibers.* 1 (2004) 85–95.
- [13] K.R. Lekha, Field instrumentation and monitoring of soil erosion in coir geotextile stabilised slopes—A case study, *Geotext. Geomembr.* 22 (2004) 399–413.
- [14] R.S. Coutts, A review of Australian research into natural fibre cement composites, *Cem. Concr. Compos.* 27 (2005) 518–526.
- [15] S.B. Brahim, R.B. Cheikh, Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite, *Compos. Sci. Technol.* 67 (2007) 140–147.
- [16] B. Bouiri, M. Amrani, Elemental chlorine-free bleaching halfa pulp, *J. Ind. Eng. Chem.* 16 (2010) 587–592.
- [17] M.S. Rahman, *Jute-A Versatile Natural Fibre. Cultivation, Extraction and Processing*, Ind. Appl. Nat. Fibres John Wiley. (2010) 135–161.
- [18] T.R. Fortenbery, M. Bennett, Opportunities for commercial hemp production, *Appl. Econ. Perspect. Policy.* 26 (2004) 97–117.
- [19] A. Le Duc, *Comportement et rupture de fibres cellulosiques lors de leur compoundage avec une matrice polymère*, Paris, ENMP, 2013.
- [20] J.G. Cook, *Handbook of textile fibres: man-made fibres*, Elsevier, 1984.
- [21] M.P. Staiger, T. Huber, *All-Cellulose Composites*, Wiley Encycl. Compos. (2012).
- [22] M.J. John, R.D. Anandjiwala, Chemical modification of flax reinforced polypropylene composites, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 40 (2009) 442–448.
- [23] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J.P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard, Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 38 (2007) 1912–1921.
- [24] M. Pracella, D. Chionna, I. Anguillesi, Z. Kulinski, E. Piorkowska, Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres, *Compos. Sci. Technol.* 66 (2006) 2218–2230.

-
- [25] A. Bourmaud, C. Baley, Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling, *Polym. Degrad. Stab.* 94 (2009) 297–305.
 - [26] C. Santulli, A.P. Caruso, Effect of fibre architecture on the falling weight impact properties of hemp/epoxy composites, *J. Biobased Mater. Bioenergy.* 3 (2009) 291–297.
 - [27] G. Cicala, G. Cristaldi, G. Recca, G. Ziegmann, A. El-Sabbagh, M. Dickert, Properties and performances of various hybrid glass/natural fibre composites for curved pipes, *Mater. Des.* 30 (2009) 2538–2542.
 - [28] C. Scarponi, C.S. Pizzinelli, S. Sánchez-Sáez, E. Barbero, Impact load behaviour of resin transfer moulding (RTM) hemp fibre composite laminates, *J. Biobased Mater. Bioenergy.* 3 (2009) 298–310.
 - [29] S.J. Eichhorn, R.J. Young, Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets, *Compos. Sci. Technol.* 64 (2004) 767–772.
 - [30] D.G. Hepworth, R.N. Hobson, D.M. Bruce, J.W. Farrent, The use of unretted hemp fibre in composite manufacture, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 31 (2000) 1279–1283.
 - [31] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bouchak, F. Scarpa, Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres, *Mater. Des.* 46 (2013) 76–83.
 - [32] P.V. Joseph, M.S. Rabello, L.H.C. Mattoso, K. Joseph, S. Thomas, Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Compos. Sci. Technol.* 62 (2002) 1357–1372.
 - [33] N. Suppakarn, K. Jarukumjorn, Mechanical properties and flammability of sisal/PP composites: effect of flame retardant type and content, *Compos. Part B Eng.* 40 (2009) 613–618.
 - [34] W. Wang, G. Huang, Characterisation and utilization of natural coconut fibres composites, *Mater. Des.* 30 (2009) 2741–2744.
 - [35] H. Santafe, L. Costa, R.J. Rodriguez, F. Lopes, S. Monteiro, Mechanical Behavior of Epoxy Composites Reinforced with Acetylation- Treated Coir Fibers, *Minerals, Metals and Materials Society/AIME*, 420 Commonwealth Dr., P. O. Box 430 Warrendale PA 15086 USA, 2010.
 - [36] M.M. Haque, M. Hasan, M.S. Islam, M.E. Ali, Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fiber reinforced polypropylene composites, *Bioresour. Technol.* 100 (2009) 4903–4906.
 - [37] M.N. Islam, M.R. Rahman, M.M. Haque, M.M. Huque, Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 41 (2010) 192–198.
 - [38] A.K. Bledzki, A.A. Mamun, J. Volk, Barley husk and coconut shell reinforced polypropylene composites: the effect of fibre physical, chemical and surface properties, *Compos. Sci. Technol.* 70 (2010) 840–846.
 - [39] M. Harche, A.M. Catesson, Cell wall architecture in alfa (*Stipa tenacissima* L.) fibres, *IAWA J.* 6 (1985) 61–69.
 - [40] Z. Mehdadi, Z. Benaouda, S. Belbraouet, H. Benhassaini, L. Hamel, M. Benali, Évolution saisonnière de la composition foliaire de *Stipa tenacissima* L. en lipides totaux et en acides gras, *Sci. Chang. PlanétairesSécheresse.* 17 (2006) 493–498.
 - [41] S. Ghrab, Étude de la variabilité éco-phénologique de l'alfa en Tunisie centrale: application en vue de la sauvegarde et de l'aménagement des nappes alfatières, Thesis, Université de droit d'économie et des sciences Aix-Marseille, Marseille, France (in French), 1981.
 - [42] M.C. Paiva, I. Ammar, A.R. Campos, R.B. Cheikh, A.M. Cunha, Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization, *Compos. Sci. Technol.* 67 (2007) 1132–1138.
 - [43] H. de Bureaux, de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France, (2011).
 - [44] A. Ben Mabrouk, Elaboration de nanocomposites à base de whiskers de cellulose et de polymère acrylique par polymérisation in situ, Grenoble, 2011.
 - [45] B. Kurek, Les fibres naturelles: originalités, propriétés, qualités et défauts, *Journ. Tech. Matér. Renf. Fibres Nat. Matér. Issus Ressour. Renouvelables Appliqués En Plasturgie Pole Eur. Plasturgie Bellignat.* (2006).
 - [46] J.W.S. Hearle, The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers, *J. Appl. Polym. Sci.* 7 (1963) 1207–1223.

-
- [47] E.H. Kerner, The elastic and thermo-elastic properties of composite media, *Proc. Phys. Soc. Sect. B.* 69 (1956) 808.
 - [48] A.K. Bledzki, J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Prog. Polym. Sci.* 24 (1999) 221–274.
 - [49] D. Sedan, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite, Limoges, 2007.
 - [50] M.J. John, R.D. Anandjiwala, Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites, *Polym. Compos.* 29 (2008) 187–207.
 - [51] T.P. Nevell, S.H. Zeronian, Cellulose chemistry fundamentals, in: *Cellul. Chem. Its Appl.*, Ellis Horwood Limited, 1985: pp. 15–29.
 - [52] C. Couhert, Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno-cellulosique et de ses composés: production de gaz de synthèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.
 - [53] D. Hatsch, Interaction hôte/pathogène: étude du modèle *Humulus lupulus/Fusarium graminearum*: Identification, génomique et transcriptomique du pathogène, Strasbourg 1, 2004.
 - [54] A.K. Bledzki, J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Prog. Polym. Sci.* 24 (1999) 221–274.
 - [55] M.C.N. Yemele, M. Claude, Développement de panneaux de particules à base d'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble, Université Laval, 2008.
 - [56] B. Monties, Les polymères végétaux: Polymères pariétaux et alimentaires non azotés, Gauthier-Villard, 1980.
 - [57] S. Thiebaud, Valorisation chimique de composés lignocellulosiques: obtention de nouveaux matériaux, 1995.
 - [58] D. Fengel, G. Wegener, *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*, Walter de Gruyter, 1983.
 - [59] M. Chaouch, Effet de l'intensité du traitement sur la composition élémentaire et la durabilité du bois traité thermiquement: développement d'un marqueur de prédiction de la résistance aux champignons basidiomycètes, Nancy 1, 2011.
 - [60] C. Van Sumere, Retting of flax with special reference to enzyme-retting, *Biol. Process. Flax.* (1992) 153–193.
 - [61] D.E. Akin, Chemistry of plant fibres, *Ind. Appl. Nat. Fibres Struct. Prop. Tech. Appl.* (2010) 13–22.
 - [62] D.E. Brushwood, The influence of cotton noncellulosic naturally occurring materials on yarn processing properties, *Trans. ASAE.* 47 (2004) 995.
 - [63] S. Hanana, A. Elloumi, V. Placet, H. Tounsi, H. Belghith, C. Bradai, An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres, *Ind. Crops Prod.* 70 (2015) 190–200.
 - [64] A.K. Bledzki, A.A. Mamun, A. Jaskiewicz, K. Erdmann, Polypropylene composites with enzyme modified abaca fibre, *Compos. Sci. Technol.* 70 (2010) 854–860.
 - [65] M. Baiardo, E. Zini, M. Scandola, Flax fibre–polyester composites, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 35 (2004) 703–710.
 - [66] S. Msahli, Etude du potentiel textile des fibre d'agave americana L., Mulhouse, 2002.
 - [67] J. Gassan, V.S. Gutowski, Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites, *Compos. Sci. Technol.* 60 (2000) 2857–2863.
 - [68] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, A. Merlin, Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof, *Ind. Crops Prod.* 31 (2010) 344–349.
 - [69] A. Pizzi, R. Kueny, F. Lecoanet, B. Massetau, D. Carpentier, A. Krebs, F. Loiseau, S. Molina, M. Ragoubi, High resin content natural matrix–natural fibre biocomposites, *Ind. Crops Prod.* 30 (2009) 235–240.
 - [70] E. Sinha, S. Panigrahi, Effect of plasma treatment on structure, wettability of jute fiber and flexural strength of its composite, *J. Compos. Mater.* 43 (2009) 1791–1802.
 - [71] Y. Xu, S. Kawata, K. Hosoi, T. Kawai, S. Kuroda, Thermomechanical properties of the silanized-kenaf/polystyrene composites, *Express Polym. Lett.* 3 (2009) 657–664.

-
- [72] M.S. Huda, L.T. Drzal, A.K. Mohanty, M. Misra, Effect of chemical modifications of the pineapple leaf fiber surfaces on the interfacial and mechanical properties of laminated biocomposites, *Compos. Interfaces*. 15 (2008) 169–191.
 - [73] K. Goda, M.S. Sreekala, A. Gomes, T. Kaji, J. Ohgi, Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites—Effect of load application during mercerization of ramie fibers, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 37 (2006) 2213–2220.
 - [74] D. Ray, B.K. Sarkar, A.K. Rana, N.R. Bose, The mechanical properties of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali-treated jute fibres, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 32 (2001) 119–127.
 - [75] C. Stevens, J. Müssig, *Industrial applications of natural fibres: structure, properties and technical applications*, John Wiley & Sons, 2010.
 - [76] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.-P. Fink, M. Sain, Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010, *Prog. Polym. Sci.* 37 (2012) 1552–1596.
 - [77] A.B. Mabrouk, H. Kaddami, S. Boufi, F. Erchiqui, A. Dufresne, Cellulosic nanoparticles from alfa fibers (*Stipa tenacissima*): extraction procedures and reinforcement potential in polymer nanocomposites, *Cellulose*. 19 (2012) 843–853.
 - [78] R.G. Allaby, G.W. Peterson, D.A. Merriwether, Y.-B. Fu, Evidence of the domestication history of flax (*Linum usitatissimum* L.) from genetic diversity of the sad2 locus, *Theor. Appl. Genet.* 112 (2005) 58–65.
 - [79] D.E. Akin, J.A. Foulk, R.B. Dodd, D.D. McAlister, Enzyme-retting of flax and characterization of processed fibers, *J. Biotechnol.* 89 (2001) 193–203.
 - [80] A.R. Prasad, K.M. Rao, Mechanical properties of natural fibre reinforced polyester composites: Jowar, sisal and bamboo, *Mater. Des.* 32 (2011) 4658–4663.
 - [81] A. Duval, A. Bourmaud, L. Augier, C. Baley, Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers, *Mater. Lett.* 65 (2011) 797–800.
 - [82] A. Bessadok, S. Roudesli, S. Marais, N. Follain, L. Lebrun, Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 40 (2009) 184–195.
 - [83] O. Akkiche, B.K. Messaoud, Esparto grass (*Stipa tenacissima* L.), raw material of papermaking. First part, *Химия Растительного Сырья*. (2007).
 - [84] B. Bouiri, M. Amrani, Elemental chlorine-free bleaching halfa pulp, *J. Ind. Eng. Chem.* 16 (2010) 587–592.
 - [85] M. Dallel, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2012.
 - [86] M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad, N. Benseddiq, Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite, *Procedia Eng.* 10 (2011) 2092–2097.
 - [87] A. Standard, D3379. Standard test method for tensile strength and Young's modulus for high modulus single-filament materials, *Annu. Book ASTM Stand.* 8 (2002).
 - [88] R. Mahjoub, J.M. Yatim, A.R.M. Sam, S.H. Hashemi, Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications, *Constr. Build. Mater.* 55 (2014) 103–113.
 - [89] G. Coroller, A. Lefeuvre, A. Le Duigou, A. Bourmaud, G. Ausias, T. Gaudry, C. Baley, Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 51 (2013) 62–70.
 - [90] S. Wong, R.A. Shanks, A. Hodzic, Effect of additives on the interfacial strength of poly (l-lactic acid) and poly (3-hydroxy butyric acid)-flax fibre composites, *Compos. Sci. Technol.* 67 (2007) 2478–2484.
 - [91] D.E. Akin, J.A. Foulk, R.B. Dodd, D.D. McAlister, Enzyme-retting of flax and characterization of processed fibers, *J. Biotechnol.* 89 (2001) 193–203.
 - [92] E. Baur, N. Graupner, S. Joas, F. Otremba, Press formed parts from natural fiber-reinforced polymers, *Kunststoffe Int.* 3 (2009) 24–31.
 - [93] M. Carus, C. Gahle, C. Pendarovski, D. Vogt, S. Ortmann, F. Grotenhermen, T. Breuer, C. Schmidt, J. Müssig, J. Steger, Studie zur Markt-und Konkurrenzsituation bei Naturfasern und Naturfaser-Werkstoffen (Deutschland und EU), (2008).

-
- [94] I.M. Daniel, O. Ishai, I.M. Daniel, I. Daniel, Engineering mechanics of composite materials, Oxford university press New York, 1994.
 - [95] B.T. Astrom, Manufacturing of polymer composites, CRC Press, 1997.
 - [96] A.K. Kaw, Mechanics of composite materials, CRC press, 2005.
 - [97] B.T. Astrom, Manufacturing of polymer composites, CRC Press, 1997.
 - [98] M.E. Martellotti, An analysis of the milling process, Trans ASME. 63 (1941) 677–700.
 - [99] A.J.P. Sabberwal, F. Koenigsberger, Chip section and cutting force during the milling operation, CIRP Ann. 10 (1961) 62.
 - [100] J.Y. Sheikh-Ahmad, Machining of polymer composites, Springer, 2009.
 - [101] A. KoPlev, A. Lystrup, T. Vorm, The cutting process, chips, and cutting forces in machining CFRP, Composites. 14 (1983) 371–376.
 - [102] R.K. Singal, M. Singal, Fundamentals of machining and machine tools, IK International Pvt Ltd, 2010.
 - [103] D. Arola, M. Ramulu, D.H. Wang, Chip formation in orthogonal trimming of graphite/epoxy composite, Compos. Part Appl. Sci. Manuf. 27 (1996) 121–133.
 - [104] D. Nayak, N. Bhatnagar, P. Mahajan, Machining studies of uni-directional glass fiber reinforced plastic (UD-GFRP) composites part 1: effect of geometrical and process parameters, Mach. Sci. Technol. 9 (2005) 481–501.
 - [105] T. Kaneeda, T. Masayuki, CFRP cutting mechanism (1st report): Surface generation mechanism at very low speeds, J. Jpn. Soc. Precis. Eng. 55 (1989) 1456–1461.
 - [106] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi, A. Hammami, Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: DPF/polyester composite properties, Polym. Compos. 26 (2005) 604–613.
 - [107] M. Idicula, S.K. Malhotra, K. Joseph, S. Thomas, Effect of layering pattern on dynamic mechanical properties of randomly oriented short banana/sisal hybrid fiber–reinforced polyester composites, J. Appl. Polym. Sci. 97 (2005) 2168–2174.
 - [108] K.M.M. Rao, K.M. Rao, A.R. Prasad, Fabrication and testing of natural fibre composites: Vakka, sisal, bamboo and banana, Mater. Des. 31 (2010) 508–513.
 - [109] A. Standard, D638-10, 2010, Stand. Test Method Tensile Prop. Plast. ASTM Int. West Conshohocken PA. (2010).
 - [110] P.A. Sreekumar, S.P. Thomas, J. marc Saiter, K. Joseph, G. Unnikrishnan, S. Thomas, Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding, Compos. Part Appl. Sci. Manuf. 40 (2009) 1777–1784.
 - [111] V.K. Mathur, Composite materials from local resources, Constr. Build. Mater. 20 (2006) 470–477.
 - [112] M.Z. Rong, M.Q. Zhang, Y. Liu, G.C. Yang, H.M. Zeng, The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites, Compos. Sci. Technol. 61 (2001) 1437–1447.
 - [113] N. Sgriecia, M.C. Hawley, Thermal, morphological, and electrical characterization of microwave processed natural fiber composites, Compos. Sci. Technol. 67 (2007) 1986–1991.
 - [114] D. Cho, J.M. Seo, W.H. Park, S.K. Han, T.W. Hwang, C.H. Choi, S.J. Jung, Improvement of the interfacial, flexural, and thermal properties of jute/poly (lactic acid) biocomposites by fiber surface treatments, J. Biobased Mater. Bioenergy. 1 (2007) 331–340.
 - [115] D. Plackett, T.L. Andersen, W.B. Pedersen, L. Nielsen, Biodegradable composites based on L-polylactide and jute fibres, Compos. Sci. Technol. 63 (2003) 1287–1296.
 - [116] C.-S. Wu, Renewable resource-based composites of recycled natural fibers and maleated polylactide bioplastic: Characterization and biodegradability, Polym. Degrad. Stab. 94 (2009) 1076–1084.
 - [117] D.B. Dittenber, H.V. GangaRao, Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure, Compos. Part Appl. Sci. Manuf. 43 (2012) 1419–1429.
 - [118] A. Shalwan, B.F. Yousif, In state of art: mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibres, Mater. Des. 48 (2013) 14–24.
 - [119] K.L. Pickering, G.W. Beckermann, S.N. Alam, N.J. Foreman, Optimising industrial hemp fibre for composites, Compos. Part Appl. Sci. Manuf. 38 (2007) 461–468.

-
- [120] G.D. Babu, K.S. Babu, B.U.M. Gowd, Effect of machining parameters on milled natural fiber-reinforced plastic composites, *J. Adv. Mech. Eng.* 1 (2013) 1–12.
 - [121] L.M.P. Durão, D.J. Gonçalves, J.M.R. Tavares, V.H.C. de Albuquerque, T.H. Panzera, L.J. Silva, A.A. Vieira, A.P.M. Baptista, Drilling delamination outcomes on glass and sisal reinforced plastics, in: *Mater. Sci. Forum, Trans Tech Publ*, 2013: pp. 301–306.
 - [122] C. BALEY, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*, Ed. Techniques Ingénieur, 2004.
 - [123] D.U. Shah, Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review, *J. Mater. Sci.* 48 (2013) 6083–6107.
 - [124] C. Morvan, C. Andème-Onzighi, R. Girault, D.S. Himmelsbach, A. Driouich, D.E. Akin, Building flax fibres: more than one brick in the walls, *Plant Physiol. Biochem.* 41 (2003) 935–944.
 - [125] T. Insperger, B.P. Mann, G. Stépán, P.V. Bayly, Stability of up-milling and down-milling, part 1: alternative analytical methods, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 43 (2003) 25–34.
 - [126] P. Janardhan, J. Sheikh-Ahmad, H. Cheraghi, Edge trimming of CFRP with diamond interlocking tools, *SAE Technical Paper*, 2006.
 - [127] J. Xu, A. Mkaddem, M. El Mansori, Recent advances in drilling hybrid FRP/Ti composite: a state-of-the-art review, *Compos. Struct.* 135 (2016) 316–338.