

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

UNIVERSITE DJILLALI LIABESSIDI BEL ABBES



FACULTE DES TECHNOLOGIES
DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL
& TRAVAUX PUBLICS

THESE

Présentée en vue de l'obtention du

DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : GENIE CIVIL

Option : STRUCTURES ET MATERIAUX

Soutenu par
BERREKHEROUKH NADJET

Sujet de thèse :

**Étude de la probabilité de rupture des composites unidirectionnels a
matrice polymère viscoélastique**

Soutenu le : / / 2021, Devant le Jury composé de :

Mr BENYOUCEF SAMIR	Professeur	UDL SBA	Président
Mr MEFTAH SID AHMED	Professeur	UDL SBA	Examineur
Mr BENNEGADI MOHAMMED EL LARBI	MCA	USTO- M B ORAN	Examineur
Mr BOUHAMIDA BACHIR	MCA	USTO- M B ORAN	Examineur
Mr SERIER ZOUAOU	Professeur	USTO- M B ORAN	Directeur de la thèse
Mr FEKRAR ABDELKADER	Professeur	UDL SBA	Co-directeur de la thèse

Année universitaire : 2021-2022



Remerciements



*Je remercie Dieu le tout puissant pour
m'avoir donné la force et la volonté
de réaliser et d'achever ce travail*

Mes vifs remerciements et gratitude à Monsieur SEREIR ZOUAOUI, Professeur des universités au département de Génie Maritime – Faculté de Génie Mécanique pour avoir proposé à ma personne ce sujet de thèse, de m'avoir encadré tout au long de ces années et pour l'attention qu'il a portée à mon travail. Je le remercie pour ses conseils qui ont contribué à l'élaboration et la rédaction de cette synthèse de travaux de recherches et d'avoir approfondi mes connaissances dans le sujet. Je suis ensuite très reconnaissant au professeur FEKRAR ABDLEKADER pour sa codirection de cette thèse par ses remarques et suggestions complémentaires et particulièrement enrichissantes.

Je remercie Mme HAMMOU YAMNA et Melle ERROUANE EL HOUARIA pour leurs encouragements, leurs disponibilité, leurs dévouement, leurs patience, qui ont fait de cette thèse ce qu'elle est aujourd'hui. Je les remercie aussi pour leurs apports scientifiques et leurs remarques pertinentes qui ont pu faire avancer les choses. Au risque de me répéter, ils ont été un élément déterminant dans la réussite de cette thèse.

Tout le respect à Monsieur BENYOUCEF SAMIR Professeur à l'université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbes.- Faculté des technologies, Département de Génie civil & travaux publics, pour l'honneur qu'il attribué en acceptant de présider le jury de cette thèse.

Aussi je remercie tous les membres de mon jury : Monsieur MEFTAH SID AHMED, Monsieur BENNEGADI MOHAMMED EL LARBI, Monsieur BOUHAMIDA BACHIR pour avoir examiné mon travail.

Je remercie le père et le professeur ADDA BEDIA pour son aide et soutien scientifiques.

Abstract

By the present paper, experimental and numerical models are proposed to study the creep behavior of composite reinforced of unidirectional Alfa fibers using photoelasticity method. Alfa Fibers were treated chemically in order to improve their mechanical properties. Besides, Tensile tests were provided to predict Young modulus and tensile strength. These tests confirm that the chemical treatment during 48 Hours of Alfa fibers collected from the south region gives the best results. Next, specimens are manufactured by combing Medapoxy STR resin and the treated Alfa fibers. The Fibers are then arranged approximately in multiple hexagonal clusters and embedded in the matrix. For the micromechanical fiber stress redistribution or load sharing theory to be applied, the cluster must contain a minimum of one broken fiber.

Consequently, stress perturbation was noticed due to a fiber fracture that propagates to the nearest neighbors fibers. This perturbation allowing the photoelastic visualization of the fracture history during the creep tests. The contour diagram and fringe values are giving the accurate distribution of stress near broken fibers showing local shear stress concentrations during the time. Creep response and failure mechanism have been simulated, the Tsai-Wu failure criterion was applied on ANSYS explicit dynamic software. Because it merges between experimental tests and numerical simulation, the present study offers a real scientific contribution to the creep behavior of bio-based composite strength by the photoelasticity method.

Keywords: Creep behavior, Photoelasticity, Alfa fibers, Composite strength, Fracture.

Résumé

Par le présent travail, des modèles expérimentaux et numériques sont proposées pour étudier le comportement de fluage d'un composite renforcé uni- directionnellement par des de fibres Alfa en utilisant la méthode de la photoélasticité. Les fibres alfa ont été traitées chimiquement afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques. En outre, des tests de traction ont été établis pour prédire le module d'Young et la résistance à la traction. Ces tests confirment que le traitement chimique pendant 48 heures des fibres Alfa collectées dans la région sud donne les meilleurs résultats. Ensuite, les échantillons sont fabriqués en imprégnant la résine Medapoxy STR et les fibres Alfa traitées de la région sud. Les fibres sont ensuite disposées approximativement en clusters hexagonaux et incorporés dans la matrice. Pour que la redistribution des contraintes de fibre micromécanique ou la théorie du partage de charge soit appliquée, le cluster doit contenir au moins une fibre cassée.

Une perturbation de contrainte a été remarquée en raison d'une fracture de fibre qui se propage aux fibres voisines les plus proches. Cette perturbation a été visualisée par la photoélasticité lors des essais de fluage. Le contour et les franges nous ont permis d'avoir une distribution précise des champs de contrainte près des fibres cassées montrant les concentrations de contrainte de cisaillement locales au cours du temps. La réponse au fluage et le mécanisme de défaillance ont été simulés, en introduisant le critère de défaillance Tsai-Wu sous le logiciel dynamique explicite ANSYS. Parce qu'elle fusionne entre les tests expérimentaux et la simulation numérique, la présente étude offre une réelle contribution scientifique au comportement de fluage de la résistance des composites biosourcés par la photoélasticité.

Mots-clés: Comportement fluage, Photoélasticité, fibres Alfa, Résistance composite, fracture.

ملخص

في هذا البحث تم اقتراح نماذج تجريبية ورقمية لدراسة سلوك الزحف للمواد المركبة المدعمة بألياف الحلفاء أحادية الاتجاه وذلك باستخدام تقنية المرونة الضوئية.

تمت معالجة ألياف الحلفاء كيميائياً من أجل تحسين خواصها الميكانيكية. إلى جانب ذلك، تم توفير اختبارات الشد للنتبؤ بمعامل يونغ وقوة الشد.

تؤكد هذه الاختبارات أن المعالجة الكيميائية خلال 48 ساعة لألياف الحلفاء المجمعة من المنطقة الجنوبية تعطي أفضل النتائج. بعد ذلك، تم تصنيع العينات عن طريق تمشيط راتنج Medapoxy STR وألياف الحلفاء المعالجة، ثم تم ترتيب الألياف في مجموعات سداسية متعددة و تضمينها في المصفوفة بغرض توزيع الإجهاد على الألياف (نظرية مشاركة الحمل)، شرط أن تحتوي المجموعة على ليف مكسور واحد على الأقل.

لوحظ تركيز للإجهاد بقرب الألياف المجاورة للليف المكسور. يسمح هذا بتخيل الصورة المرنة الضوئية لتاريخ الكسر أثناء اختبارات الزحف.

يعطي الرسم التخطيطي بالمرونة الضوئية، التوزيع الدقيق للإجهاد بالقرب من الألياف المكسورة التي توضح تركيزات إجهاد القص المحلي طوال مدة التجربة. تمت محاكاة آلية استجابة الزحف والفسل، وتم تطبيق معيار فشل-Tsai-Wu باستخدام برنامج ANSYS. نظراً لأنها تدمج بين الاختبارات التجريبية والمحاكاة العددية، تقدم الدراسة الحالية مساهمة علمية حقيقية في سلوك الزحف للمواد المركبة الحيوية بواسطة طريقة المرونة الضوئية.

كلمات المفتاحية: سلوك الزحف، مرونة ضوئية، ألياف الحلفاء، القوة المركبة، كسر

NOMENCLATURES

T_g	: la température de transition vitreuse	°C
T	: Temps	sec
σ	: contrainte de traction	MPa
ρ	: la masse volumique	g/cm ³
ε	: déformation	-
P	: la charge appliqué	KN
E	: module d'Young	MPa
τ_{max}	: la contrainte de cisaillement maximale	MPa
N	: l'ordre des franges	-
f_σ	: constante de franges de contrainte de la résine	MPa/frange
		/ mm
τ_{xy}	: la contrainte de cisaillement interfaciale le long de la direction des fibres	MPa
θ	: angle isoclinique	°
σ_y	: contrainte à la rupture du matériau	MPa
τ_{yz}	: contrainte de cisaillement	MPa
σ_{yy}	: contrainte transversale	MPa
σ_0	: charge constante	MPa
E_0	: modules d'élasticité du modèle de maxwell-Voigt généralisé.	MPa
E_1, E_2		
η_0, η_1, η_2	: coefficients de viscosité du modèle de maxwell-Voigt généralisé.	-
W_1	: largeur dans la zone d'épaulement	mm
W_2	: longueur dans la zone d'épaulement	mm
H_1	: longueur totale de l'éprouvette	-
H_2	: longueur de référence	mm
e	: l'épaisseur de l'éprouvette	mm
D_f	: diamètre de la fibre	mm
D_{tr}	: diamètre du trou de fixation d'éprouvette	mm
f	: écartement entre les fibres	mm
ν_{12}, ν_{13}	: coefficients de poisson	-

Table des matières

Abstract	I
Résumé	II
ملخص	III
Nomenclature	IV
Table des matières	V
Liste des figures	VIII
Liste des tableaux	XI
Introduction générale	1
Chapitre I : Généralités sur les fibres naturelles	
	11
I.1 INTRODUCTION	
I.2 TYPE DE FIBRES NATURELLES	11
a) Les fibres végétales	
b) Les fibres animales	
c) Fibres minérales	
I.3 CONSTITUTION D'UNE FIBRE NATURELLE	15
I.3.1. Cellulose	17
I.3.2. Hémicellulose	17
I.3.3. Lignine	18
I.4 APPLICATIONS DES FIBRES NATURELLES	19
I.4.1 Artisanal	19
I.4.3 Transport	20
I.4.4 Sports et Loisirs	21
I.4.5 Produits de consommation courante	22
I.5. FIBRES D'ALFA	22
I.5.1 Récolte de l'Alfa	23
I.5.2 Répartition géographique	24
I.5.3. Etude botanique	25
I.5.4. Structure et morphologie des fibres	27
I.5.5. Composition chimique	28
I.6 Conclusion	28
I.7 REFERENCES	29
Chapitre II : Réalisation et caractérisation des composites biosourcés	
II. 1 Introduction	34

II.2 Les différentes méthodes d'extraction	34
II.2.1 Extraction mécanique	35
a) Le teillage	35
b) Par déflexion	36
c) Par laminage	37
d) Par explosion à la vapeur	38
II.2.2 Extraction chimique	39
a) Procédé Kraft	39
b) Procédé au bisulfate	40
c) Procédé acide	40
d) Procédé Soude-Anthraquinone	40
e) Procédé à la soude	40
f) Procédé au sulfate neutre de sodium	41
II.2.3 L'extraction biologique	42
a) Le rouissage à terre	42
b) Le rouissage à l'eau	43
c) Par action microbienne	43
II.3 Matériaux et essais de traction	44
II.3.1 Fibres Alfa	44
II.3.2 Résine epoxy	47
II.2.3 Essai de traction des éprouvettes	49
II. 4 Conclusion	53
II.5 Références	53
Chapitre III : Analyse photoélastique du fluage d'un bio composites à fibres cassées	
III.1 Introduction	56
III.2 Disposition du polariscope	56
III.3.Resultats de fluage	58
III.4 Observations phot élastiques	62
III.5 Conclusion	64
III.6 Références	64
Chapitre IV : Modélisation d'un bio composite renforcé par les fibres d'Alfa	
IV.1 INTRODUCTION	67
IV.2 Modèle numérique	68

IV.3 Maillage et condition aux limites	69
IV.4 Effet de variation le nombres de fibres cassées	70
IV.5 Effet De La Variation Du Temps Sur La Déformation Au Fluage	74
IV.6 Effet De Variation De La Charge	75
IV.7 Effet De Variation du diamètre De La Fibre	78
IV.8 Effet De Variation De La Distance Entre De Fibre	80
IV.9 Conclusion	81
IV.10 Références	82
Conclusion Générale	84

Liste des Figures

Figure I.1 : Types de fibres disponibles	12
Figure I.2 Exemples de fibres végétales : (a) Coton, (b) Lin, (c) Chanvre	13
Figure I.3 Classification des fibres végétales selon l'origine	14
Figure I.4. Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora	15
Figure I.5 Fibres minérales artificielle. (Amiante)	15
Figure I. 6 Schéma de la structure d'une fibre végétale	16
Figure I.7 Molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène	17
Figure I.8 Exemple de Structure hémicellulose	18
Figure I.9 Représentation structurelle de la lignine	18
Figure I.10 : Quelque utilisation artisanale	19
Figure I.11 : Matériaux chaux-chanvre dans le bâtiment	20
Figure I.12 : Intérieur de portière Mercedes à base de fibres de chanvre	20
Figure I.13: Intérieur de l'Airbus A380	21
Figure I.14 : produits de sports à base des fibres naturelles	21
Figure I.15 : produits quotidiens en fibres naturelles.	22
Figure I.16 : La plante d'Alfa (Stipa Tenacissima L).	23
Figure I.17. Les différentes étapes de la récolte de l'Alfa, l'arrachement, la collecte et la mise en balle	24
Figure I.18 : Répartition territoriale de l'alfa	25
Figure I.19 : Morphologie de la plante d'Alfa	26
Figure I.20 : Représentation de la plante alfa.	26
Figure I.21 : Image microscope optique des fibres composées de filaments cellulosiques	27
Figure I.22 : Coupe MEB transversale des fibres	27
Figure I.23: Coupe MEB transversale de faisceaux de fibres d'alfa	27
Figure I.24 : Coupe MEB transversale de la tige d'alfa	27
Figure II.1.1.a a) Ecang pour teillage manuel b) cylindres cannelées pour teillage mécanique	36
Figure II.1.1.b Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage développée par la société ATB	36

Figure II. 1.1.c Machine de laminage manuel.	37
Figure II.1.1.d Schéma général d'une installation de Steam explosion	38
Figure II.1.2.a Procédé Kraft actuel	39
Figure II.1.2.e Extraction par procédé à la soude	41
Figure II.1.2.f Extraction par Procédé au sulfate neutre de sodium	41
Figure II.1.3.a. Rouissage du lin	42
Figure II.3.1.b. Rouissage à l'eau de tiges de jute	43
Figure II.4.3.c. Extraction enzymatiques (Etat des tiges après 20 jours)	44
Figure II.5.a : Les étapes du Traitement thermochimique d'Alfa	45
Figure II.6.b Procédure d'extraction des fibres Alfa.	45
Figure. II.7 Courbes contrainte-déformation des fibres longues Alfa traitées thermochimiquement pendant 90 min.	46
Figure II.8 Mesure de la résine Tg obtenue par la variation du couple avec la température du rhéomètre Kinetech.	47
Figure II.9 Essai de traction monotone de la résine époxy.	48
Figure II.10 Moulage des éprouvettes de traction, a) moulage, b) Dimensions du démoulage, c) Scénario de succession de fibres cassées	50
Figure II.11 Essai de traction sur éprouvettes avec groupe de sept fibres intactes et partiellement cassées.	51
Figure.II.12. Evolution de la déformation des éprouvettes testées avec deux fibres cassées en fonction de la vitesse de déformation	52
Fig.III.1 Dispositif optique pour un test de fluage, a) Schéma du dispositif optique en transmission polariscope circulaire FL-200, b) le plan du champ de photo-élasticité.	57
Figure.III.2 Comportement au fluage à long terme des échantillons avec sept fibres intactes et partiellement cassées pour une charge constante $\sigma_0 = 8\text{MPa}$.	59
Figure.III.3 Comportement au fluage à long terme des éprouvettes avec 10 fibres dont une cassée pour différentes charges	60
Fig.III.4 Comportement au fluage à long terme des éprouvettes avec 10 fibres dont une et deux fibres cassées pour une charge constante $\sigma_0 = 6\text{MPa}$.	61
Figure.III.5 Contours de franges isochromatiques pendant la réponse en fonction du temps pour une charge appliquée $\sigma_0 = 5\text{MPa}$.	62
Figure.III.6 Modèles de franges isochromatiques pour différentes charges appliquées	64

à T = 100 jours.

Figure IV. 1 : Modèle tridimensionnel d'une éprouvette en composite Alfa/Epoxy.	69
Figure IV.2 : Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette.	70
Figure IV. 3 : Modèle tridimensionnel d'une éprouvette avec a) deux et b) 4 fibres cassées.	71
Figure IV.4 : Distribution de la contrainte de cisaillement pour 2 et 4 fibres cassées.	72
Figure IV.5 : Distribution de la contrainte équivalente de Von Mises pour 2 et 4 fibres cassées.	73
Figure IV.6 Isoclines de la contrainte de cisaillement maximale pendant la réponse en fonction du temps pour la charge appliquée $\sigma_0 = 5$ MPa.	75
Figure IV.7 Distribution de la contrainte de cisaillement en fonction de la charge appliquée.	76
Figure IV.8 Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la charge.	77
Figure IV.9 Distribution de la contrainte équivalente en fonction de la charge appliquée.	77
Figure IV.10 Evolution de la contrainte équivalente en fonction de la charge.	78
Figure IV.11 Eprouvette avec différentes diamètre de fibre d'Alfa.	79
Figure IV.12 Evolution de la contrainte de cisaillement et la contrainte équivalente en fonction du diamètre.	79
Figure IV.13 Ecartement entre les fibres d'éprouvette Alfa/Epoxy avec deux fibres cassées.	80
Figure IV.14 Distribution de la contrainte de cisaillement et la contrainte équivalente en fonction de l'écartement entre fibres.	81

Liste des tableaux

Tableau I .1 Teneur moyenne des trois principaux constituants de fibres végétales.	13
Tableau I. 2 Résumé de la composition et les propriétés de certaines fibres naturelles contre la fibre de verre.	17
Tableau I.3 : La composition d'alfa	28
Tableau III.1 Paramètres ajustés par fluage des grappes à dix fibres	61
Tableau III.2 Contrainte de cisaillement τ de chaque ordre de franges N pendant l'essai de fluage.	63
Tableau IV.1. Caractéristiques géométriques de l'éprouvette en composite.	70
Tableau IV.2. Propriétés mécaniques de la résine époxyde et les fibres d'Alfa	70
Tableau IV.3 Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques la contrainte de cisaillement τ de chaque ordre de franges N pendant les essais de fluage.	74



INTRODUCTION GENERALE

Introduction Générale

Durant les dernières années, les fibres naturelles ont été de plus en plus utilisées comme renfort dans les composites polymères. Avec leur faible coût et leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées, ils représentent une bonne alternative renouvelable et biodégradable au renfort synthétique le plus courant, à savoir les fibres de verre [1,2]. Ces fibres sont non abrasives et peuvent être incinérées pour la récupération d'énergie car elles possèdent un bon pouvoir calorifique. De plus, elles se soucient moins de la santé et de la sécurité lors de la manipulation des produits en fibres. Avec l'utilisation croissante de matériaux composites pour diverses applications industrielles, des modèles pratiques et précis pour la durée de vie permettront aux ingénieurs de repousser les limites de la conception et d'utiliser les matériaux composites de la manière la plus efficace possible, tout en maintenant les normes de sécurité les plus strictes. De nombreux chercheurs ont contribué au développement de plastiques renforcés de fibres naturelles. La plupart d'entre eux sont basés sur l'étude des propriétés mécaniques des composites renforcés de fibres courtes, principalement utilisés pour produire des structurelles et ayant lieu principalement dans l'industrie automobile tels que les couvertures, les panneaux de porte de voiture et les toits de voiture. Peu d'études traitent des composites structuraux à base de renforts naturels. Pour montrer les performances de ces nouveaux matériaux et leur impact sur l'industrie, plusieurs tests ont été réalisés sur de nombreuses fibres végétales pour une caractérisation physico-chimique [3, 4, 5,6].

L'influence des fissures de fibres sur la propagation des contraintes sous les éprouvettes d'essai de traction nécessite une compréhension du comportement de cisaillement de charge à l'échelle micromécanique. Pour cette échelle, il est essentiel d'étudier la concentration de contraintes près des micros fissures en fonction du temps le comportement viscoélastique. Lorsqu'une ou plusieurs fibres se cassent, une redistribution des contraintes de fibres à proximité de la rupture est nécessaire pour maintenir l'équilibre après un certain temps. Par conséquent, la concentration de contraintes transférée par la matrice aux voisins les plus

proches par le concept de cisaillement interfacial dépend non seulement de l'état actuel du chargement, mais aussi des états précédents [7, 8, 9,10]. De nombreux chercheurs ont adopté des modèles micromécaniques pour étudier les contraintes d'initiation et de propagation des fissures dans des composites unidirectionnels sous le comportement viscoélastique de la matrice. De cette façon, Muliana et Li [11] ont formulé un modèle micromécanique pour prédire la réponse efficace en fonction du temps dans les composites de fibres sous charges thermiques et électromécaniques. Ils ont étudié les réactions de fluage et de relaxation d'un circuit électrique en considérant le comportement viscoélastique de la matrice dans diverses conditions isothermes. Beyerlein et al. [12] ont mis au point un système de calcul pour calculer les contraintes dépendantes du temps dans les fibres en raison de ruptures de fibres situées au hasard dans un composite unidirectionnel avec une matrice viscoélastique linéaire. Cette technique a été développée pour modéliser la nature statistique de la rupture par fluage dans un composite unidirectionnel. Ohno et T. Miyake [13] ont décrit la relaxation des contraintes dans les composites unidirectionnels contenant des fibres cassées. En ce qui concerne les composites à matrice métallique, la relation résultante montre une dépendance du temps de défaillance de fluage avec les contraintes appliquées observées expérimentalement. La relation résultante a montré une dépendance importante entre les contraintes appliquées et le temps de défaillance du fluage. Par la suite, les mêmes auteurs (Ohno et al. 2002) [14] ont mis au point une méthode variationnelle pour analyser le comportement de fluage de la matrice époxy induite par la dépendance temporelle des composites unidirectionnels. La prédiction de la rupture par fluage dans les composites unidirectionnels en charge graduelle, basée sur le diagramme de durabilité avec charge constante, a été analysée par Guedes [15]. En effet, la loi des dommages cumulatifs non linéaires a été modifiée et appliquée pour prédire la durée de fluage. Les prédictions obtenues à partir de cette loi ont été comparées à la durée de vie induite par le modèle micromécanique simulant le comportement de fluage des composites unidirectionnels. Des essais accélérés ont été proposés par Melo et de Medeiros [16] en adoptant une fonction de décalage par rapport à la superposition de courbes de conformité de fluage à différentes températures. Cette approche a permis de prédire la rupture par fluage à différentes températures. À l'aide d'un modèle constitutif viscoélastique linéaire exprimé par la série Prony, les essais mécaniques et le traitement des données ont été décrits par Endo et Pereira [17]. Cette méthodologie a été jugée plus représentative si le niveau de contrainte est comparable à celui du test de fluage.

A cause de la distribution aléatoire des fibres au sein de la matrice, l'étude micromécanique des composites unidirectionnelles nécessite le plus souvent une analyse probabiliste pour cerner les paramètres les plus dominants. Dans ce contexte, Khiat et al. [18] développé un modèle probabiliste pour étudier la résistance des composites unidirectionnels avec des fibres dans des réseaux hexagonaux. Où, un modèle modifié de retardement de cisaillement a été développé pour prédire les longueurs inefficaces dans les fibres intactes et les concentrations de contraintes autour des ruptures de fibres. Bouhamida et al. [19] ont développé un modèle analytique pour prédire la concentration de contraintes au niveau des fibres cassées et voisines. En utilisant la méthode de Monte Carlo, un modèle probabiliste a été développé pour étudier la sensibilité de la réponse mécanique en fonction des propriétés mécaniques et géométriques des fibres et de la matrice. Khaldi et al. [20] ont utilisé une procédure expérimentale et un modèle numérique pour caractériser les propriétés mécaniques des fibres anisotropiques végétales Alfa et de la résine époxy, ainsi que le comportement viscoélastique de l'interphase entre la matrice et les fibres Alfa. Des essais de nanoindentation ont été effectués pour obtenir la rigidité transversale des fibres. Pour observer les ruptures phénoménologiques de fluage sous des charges combinées de traction et de torsion, Kotelnikova-Weiler et al. [21] ont développé un modèle de dommages progressifs en fonction du temps en considérant les interactions entre les fibres et la matrice. Ils ont montré que le démantèlement conduit à une mondialisation de la redistribution des contraintes dans le composite. Où, la contrainte est à la fois plus uniformément répartie dans la profondeur du matériau et plus uniformément répartie sur la longueur des fibres intactes. Helaili et Chafra [22] ont proposé une méthode d'analyse pour déterminer les propriétés viscoélastiques d'un composé Alfa/époxy. Pour étudier le comportement viscoélastique d'une cellule représentative, la loi de distribution de Weibull et la série Prony ont été proposées. Selon Koyanagi [23], la résistance du composite a été estimée avec succès à l'aide d'un modèle micromécanique de défaillance simultanée des fibres (SFF) et d'une méthodologie d'essai accéléré (ATM). La différence entre les prévisions du MFS et de la méthode d'essai accéléré (MTA) n'est attribuée qu'à la différence des points forts de l'interface. La différence dépend également du temps ou de la température pour la force de l'interface considérée.

La photoélasticité est l'une des techniques les plus appropriées pour mesurer expérimentalement les champs de contraintes, le processus de décollement à une interface fibre-matrice et l'identification des événements micromécaniques. Pour observer le phénomène de fissure de la fibre et le décollement à proximité de l'interface fibre-matrice

pendant le temps de fluage, la technique photoélastique est le plus souvent utilisée. Elle permet une analyse in situ de la charge-déformation dans la progression temporelle des échantillons. Le diagramme de contour donne l'état réel du champ de contraintes à proximité des fibres cassées et indique les concentrations de contraintes de cisaillement locales (Ramirez 2009) [24]. En utilisant la photoélasticité pour des échantillons composites mono-fibres, Zhao et al. [27, 28, 29] ont étudié expérimentalement le comportement interfacial d'une cellule fabriquée avec un système de fibre de verre/époxy traité au plasma. Récemment, Vazquez-Rodriguez et al. [25] ont étudié le comportement d'interface d'un composite TEP/époxy. En utilisant la photoélasticité et l'essai de traction, ils ont observé la distribution des contraintes de cisaillement interfaciale directement à partir des franges isochromatiques. En utilisant les visualisations de photoélasticité, la résistance au cisaillement interfaciale a été quantifiée par Flores-Johnson et al. [26] pour évaluer les performances interfaciales des échantillons composites mono-fibres extractibles. Hao et al. [30] ont utilisé la photoélasticité pour observer des franges isochromatiques près du fond de fissure du renfort composite avec un faisceau de fibres incliné. Il a été constaté que l'intensité de la contrainte à proximité d'un faisceau de fibres incliné est proportionnelle à la longueur de la fissure.

D'après les travaux cités ci-dessous, il a été constaté que la plupart des articles ont étudié le problème du transfert de charge dans les composites unidirectionnels en utilisant le modèle de retardement de cisaillement. Les fibres fissurées ou endommagées sont souvent caractérisées par une singularité résolue par des conditions aux limites appropriées. Dans certains cas, le modèle de zone cohésive est utilisé pour identifier le délaminage et la croissance des fissures à l'interface fibre-matrice. Des modèles numériques tels que la méthode des éléments finis ou la photoélasticité sont souvent utilisés pour estimer la concentration de contraintes au niveau de la zone endommagée ou à l'extrémité des fibres. Les composites à matrice polymère ayant généralement un comportement viscoélastique, de nombreux modèles rhéologiques sont proposés pour décrire leurs lois de comportement. La photoélasticité peut également être un moyen très efficace pour décrire et suivre le comportement de ces matériaux. Dans ce contexte, nous avons proposé ce travail, qui est considéré parmi les rares travaux utilisant la photoélasticité pour étudier le comportement viscoélastique de composites unidirectionnels renforcés de fibres Alfa cassées. Le principe de cette technique est de suivre l'évolution des franges dans un modèle cellulaire constitué de multiples hexagonales de fibres longues Alfa. Chaque cellule contient au moins une fibre cassée entourée de fibres intactes. Notre composite ayant un comportement viscoélastique,

l'évolution de la concentration de contraintes au cours du temps nous permet de distinguer la variation du nombre de franges à proximité des fibres cassées. La visualisation photoélastique des franges lors des tests de fluage a été réalisée par une caméra numérique positionnée en face des échantillons. Par la suite, la réponse au fluage et à la relaxation en traction a été déterminée en fonction des différentes configurations des cellules et de la variation d'intensité de charge. Les modèles rhéologiques ont été déduits selon les lois de Weibull et le modèle de Burger. Enfin, la détermination de ces comportements nous a permis de proposer un modèle aux éléments finis et de le valider avec les résultats expérimentaux. Pour atteindre notre objectif, on a structuré ce manuscrit en quatre chapitres.

Le premier chapitre est basé sur une recherche bibliographique sur les matériaux biosourcés, ou on a présenté ses compositions, ses caractéristiques et le domaine d'utilisation.

Le deuxième chapitre a été consacré à la réalisation et la caractérisation des composites biosourcés. Dans ce chapitre, nous avons présenté les techniques d'extraction des fibres d'Alfa et d'élaboration des éprouvettes en résine et en composite en Alfa/résine. La caractérisation des fibres d'Alfa, de la résine et des composites biosourcés a été faite par des essais de traction selon les normes.

L'analyse de fluage par photoélasticité a fait l'objet du troisième chapitre. Dans ce chapitre, nous avons présenté une description du banc d'essai et du polariscope. Le comportement au fluage à long terme des échantillons intacts et à fibres partiellement cassées ont été effectués à différents niveaux de charges. Nous avons présenté aussi les résultats de la photoélasticité sous formes de courbes et de photos présentant la répartition des contraintes sous forme de franges dans les zones de singularité.

Le quatrième chapitre a été réservé à la modélisation numérique de la concentration des contraintes à l'interface fibres matrice et aussi à la zone de singularité (fibres cassées). Une confrontation des résultats numériques et expérimentaux a révélé la fiabilité de notre modèle.

Enfin, la conclusion générale et les perspectives de ce travail ont été proposées.

REFERENCES.

- [1] Faulstich de Paiva JM., Frollini E., Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 405-417, 2006.
- [2] Al-Khanbashi A., Al-Kaabi K., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization, *Polymer Composites*, 26 , 486-497, 2005.
- [3] BELAADI. A « Elaboration et caractérisation des matériaux composites à renfort en fibres naturelles (fibre de sisal) » thèse de Magister, Mécanique, Université 8 mai 1945 de Guelma. Année 2011.
- [4] Dujardin. N « UN MATERIAU BIOSOURCE DE CHOIX : LES FIBRES NATURELLES. CARACTÉRISATIONS ET APPLICATIONS » 25èmes Journées Scientifiques de l'Environnement - L'économie verte en question, Feb 2014, Créteil, France
- [5] Chi-Ming Fung. J, Thesis: A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic . October 2009.
- [6] RAGOUBI. M, « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne » thèse de doctorat, Date de soutenance : le 14 Décembre 2010
- [7] KHIAT S.M.A « étude de la probabilité d'endommagement des composites unidirectionnels aux interfaces Fibre/Résine » Thèse de Doctorat spécialité génie mécanique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudief, 2012.
- [8] Guillaumat. L : Microfissuration des CMC : relation avec la microstructure et le comportement mécanique. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 1994.
- [9] BOURAHLI. M.E.H, « Caractérisation d'un composite verre/époxy » thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas de Sétif. Année 2014.
- [10] Joudon. V, « Caractérisation expérimentale de l'initiation et de la propagation de fissure dans une résine époxy sous chargement dynamique » Mécanique des matériaux

(physics.class-ph). Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2014. Français. NNT : 2014VALE0029 . tel-01148766.

[11] Muliana, A., Li, K.A.: Time-dependent response of active composites with thermal, electrical, and mechanical coupling effect. *International Journal of Engineering Science*. 48 (2010) 1481–1497

[12] Beyerlein, I. J., Phoenix, S. L., Raj, R.: Time Evolution of Stress Redistribution Around Multiple Fiber Breaks in a Composite with Viscous and Viscoelastic Matrices. *International Journal of Solids and Structures*, (1998) Vol. 35, No. 24, pp. 3177-3211.

[13] Ohno, N., Miyake, T.: Stress relaxation in broken fibers in unidirectional composites: modeling and application to creep rupture analysis. *International Journal of Plasticity*. 15 (1999) 167-189.

[14] Ohno, N., Ando, T., Miyake, T., Biwa, S.: A variational method for unidirectional fiber-reinforced composites with creep matrix. *International Journal of Solids and structures*. 39 (2002) 159-174.

[15] Guedes, R.M.: Cumulative creep damage for unidirectional composites under step loading. *Mech Time-Depend Mater* (2012) 16:381–396.

[16] Melo, J-D.D., de Medeiros, A. M.: Long-term creep-rupture failure envelope of epoxy. *Mech Time-Depend Mater*. (2014), 16: 113–121.

[17] Endo, V.T., de Carvalho Pereira, J.C.: Linear orthotropic viscoelasticity model for fiber reinforced thermoplastic material based on Prony series. *Mech Time-Depend Mater* (2017), 21: 199–221

[18] Khiat, M.A., Sereir, Z., Chateauneuf, A.: Uncertainties of unidirectional composite strength under tensile loading and variation of environmental condition. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* (2011) Vol 56, (3), pp169-179.

[19] Bouhamida, B., Sereir, Z., Chateauneuf: Analytical model of the longitudinal break of a unidirectional composite with natural fibers. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*. (2016), 26(3-4):401-417.

- [20] Khaldi, M. , Vivet, A. , Bourmaud, A., Sereir, Z., Kada, B.: Damage analysis of composites reinforced with Alfa fibers: Viscoelastic behavior and debonding at the fiber/matrix interface. *Journal of Applied Polymer Science*, 2016, 133(31).
- [21] Kotelnikova-Weiler, N., Baverel, O., Ducoulombier, N., Caron, J.F.: Progressive damage of a unidirectional composite with a viscoelastic matrix, observations and modelling, *Composite Structures*. 188 (2018), 297±312.
- [22] Helaili, S. and Chafra, M.: Anisotropic visco-elastic properties identification of a natural biodegradable ALFA fiber composite. *Journal of Composite Materials*, 2013, 1–14.
- [23] Koyanagi, J., Nakada, M., Miyano, Y.: Tensile strength at elevated temperature and its applicability as an accelerated testing methodology for unidirectional composites. *Mech Time-Depend Mater.* (2012) 16:19–30.
- [24] Ramirez, FA, Carlsson, LA, Acha, BA: A method to measure fracture toughness of the fiber/matrix interface using the single-fiber fragmentation test. *Compos Part A-Appl S* 2009;40(6-7):679-686.
- [25] Vázquez Rodríguez, J.M., Flores Johnson, E.A., Herrera Franco, P.J. Gonzalez Chi, P.I.: Photoelastic and numerical analyses of the stress distribution around a fiber in a pull out test for a thermoplastic fiber/epoxy resin composite. *Polymer Composites*; 2017.
- [26] Flores-Johnson, E.A., Vázquez-Rodríguez, J.M., Herrera-Franco, P.J., González-Chi, P.I.: Photoelastic evaluation of fiber surface-treatments on the interfacial performance of a polyester fiber/epoxy model composite. *Composites: Part A* 42 (2011) 1017–1024.
- [27] Zhao, F.M., Patterson, E.A. Jones, F.R.: Phase-stepping photoelasticity for quantifying the interfacial response in fibre composites at fibre-breaks: *Materials Science and Engineering A* 412 (2005) 83–87.
- [28] Zhao, FM, Hayes, SA, Patterson, EA, Jones, FR.: Phase-stepping photoelasticity for the measurement of interfacial shear stress in single fibre composites. *Compos Part A-Appl S* 2006;37(2):216-221.
- [29] Zhao, FM, Liu, Z, Jones, FR.: Photoelastic determination of interfacial shear stresses in model composites. *Key Eng Mat* 2007;334-335:289-292.

[30] Hao, W., Zhu J., Zhu Q., Yuan Y.: Photoelastic analysis of matrix crack-tilted fiber bundle interaction. *Polymer Testing* 51 (2016) 101-108.

CHAPITRE I



Généralités sur les fibres naturelles

I.1 INTRODUCTION

Les fibres d'origine naturelle sont extraites de la nature. Toutes les fibres naturelles sont biodégradables, ce qui veut dire que la nature peut les dégrader jusqu'à leurs composants de base sans intervention de l'homme. Autrefois les fibres naturelles étaient dépassées par les fibres synthétiques qui étaient moins chères et plus faciles à produire et qui avaient des propriétés supérieures. A cause de la tendance actuelle de respect croissant pour la nature, la biodégradabilité des fibres devient de plus en plus importante. C'est pourquoi les fibres naturelles biodégradables ont de nouveau gagné de l'ampleur par rapport aux fibres synthétiques non biodégradables. Une caractéristique des fibres naturelles est la variation des propriétés mécaniques et chimiques due à la variation de leur composition. L'origine de cette variation de composition est d'une part le fait qu'ils existent plusieurs variétés des plantes et des animaux dont sont extraites les fibres et d'autre part le fait que même les fibres de coton d'une plante particulière et les fibres de laine d'un seul mouton varient en longueur, épaisseur, rigidité, couleur, etc.[26]. Les fibres naturelles ont récemment attiré l'attention des scientifiques et ingénieurs en raison des avantages qu'elles fournissent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre. Le développement des composites comportant des fibres naturelles est donc un sujet d'intérêt depuis les dix dernières années. Ces fibres naturelles sont des fibres à faible coût et à faible densité et elles possèdent des propriétés spécifiques [27]. Dans ce chapitre une étude bibliographique qui traite dans une première partie des fibres naturelles végétales (structure, propriétés, disponibilité et les domaines d'application) en général. La deuxième partie été en particulier sur les fibres d'Alfa, Il est utile de préciser que notre recherche s'est exclusivement focalisée sur l'alfa et sur ses diverses caractéristiques mécaniques et chimiques, aussi sur ses structures et ses domaines d'application.

I.2 TYPE DE FIBRES NATURELLES

Les fibres naturelles sont classées généralement en fonction de leurs origines :Animale, végétale et minérale. Les fibres d'origine végétale sont constituées majoritairement de cellulose et possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles d'origine animale. Ces dernières, telles que la laine et la soie, sont largement utilisées dans le domaine du textile. Les fibres d'origines végétales peuvent être classées en sous familles selon d'où elles ont été

extraites ; graines, fruits, écorce, feuilles, bois, tiges ou canne [1]. Les différents types de fibres naturelles sont présentés sur la Figure I.1.

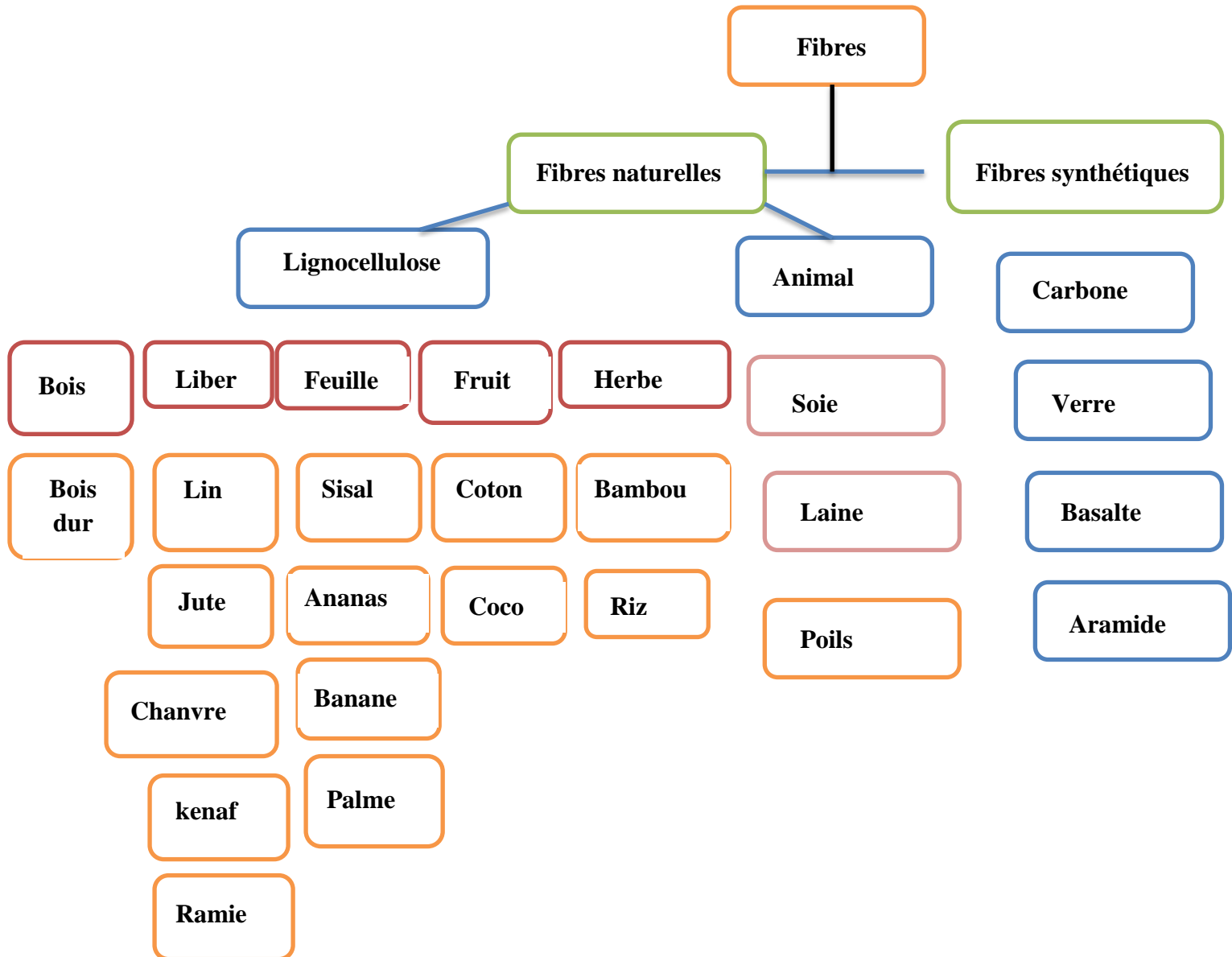


Figure I.1 : Types de fibres disponibles [1].

a) **Les fibres végétales:** Les fibres végétales sont issues de la biomasse, elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d’une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d’hémicelluloses, de lignines et de pectines. Elles sont surtout utilisées pour leurs avantages inégalés : leur faible densité, leur pouvoir d’isolant

thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et atouts écologiques [7].

Cette catégorie de fibres fera le sujet de la prochaine section (Les fibres végétales) et sera étudiée en détails.

Le début de XXIème siècle a marqué le retour des industries - européennes - aux fibres végétales. Avec l'intérêt croissant à l'environnement et l'encouragement des gouvernements et des institutions à l'investissement durable, la tendance est de s'orienter vers ce type de fibres écologiques et fonctionnelles. Ce retour est d'autant plus important, que les ressources pétrolières sont de plus en plus rares et coûteuses.



Figure I.2 Exemples de fibres végétales : (a) Coton, (b) Lin, (c) Chanvre [2].

Tableau I .1 Teneur moyenne des trois principaux constituants de fibres végétales [10].

Fibres	%Cellulose	%Hémicelluloses	Lignine
Coton	92	6	
Chanvre	76	11,5	3,2
Lin	71,2	18,6	2,2
Bois	50	24	26

Le principal constituant des fibres végétales est la cellulose qui est un polymère semi-cristallin. Le coton ne contient pas de lignine, le chanvre et le lin environ 2-3% et le bois environ 26%. La lignine est un polymère amorphe tridimensionnel. Le contenu en hémicelluloses augmente dans l'ordre coton, chanvre, lin et bois. Les hémicelluloses sont un vaste groupe de polysaccharides associés à la cellulose dans les parois cellulaires des plantes. [10]

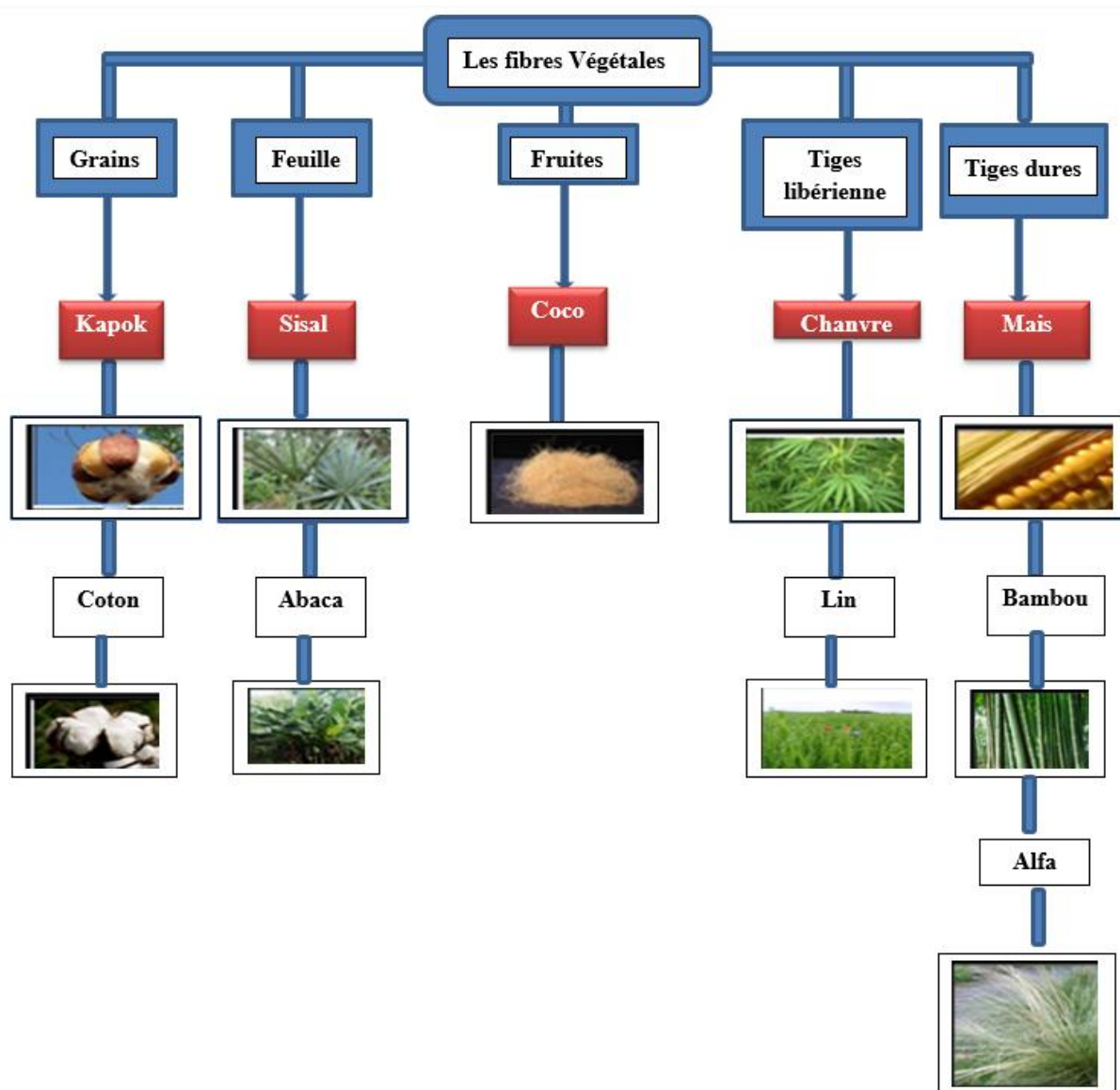


Figure I.3 Classification des fibres végétales selon l'origine [3].

b) Les fibres animales: La petite part du marché que tiennent ces fibres (à peine 2%) sur l'ensemble des fibres textiles utilisées dans le monde d'un point de vue tonnage ne reflète pas la proportion économique plus importante [4]. La fibre la plus importante et la plus utilisée est la fibre de laine connue pour ses qualités de bon isolant thermique, son pouvoir absorbant élevé (16-18%) et son élasticité importante (45%) [9]. Les fibres animales sont classées selon leur provenance, on note essentiellement :

- Poils: la laine (obtenue par la tonte de moutons), alpaga, angora, chameau, Cachemire,...
- Sécrétions: soie (*Bombyx Mori*), soie sauvage, fils d'araignée Ces fibres sont produites avec des faibles quantités ET leurs prix sont relativement chers.



Figure I.4. Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora [13].

c) Fibres minérales: L'amiante est la seule fibre minérale naturelle. Il a attiré l'attention des industriels pour sa résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques et pour son pouvoir absorbant. Il a été utilisé pour les patins de freins ou en garniture de chaudières ou fours électriques, ou encore dans diverses installations électriques (ex : plaques chauffantes) avant de l'interdire progressivement à cause des risques cancérigènes qu'il présente.



Figure I.5 Fibres minérales artificielle. (Amiante)

I.3 Constitution D'une Fibre Naturelle

Une fibre végétale est assimilable dans une première approche, à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose (figure I.6). La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine[11]. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle micro fibrillaire. Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et de résistance à la rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles

sont principalement déterminées selon la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section et le degré de polymérisation [12]. Autrement dit, pour un pourcentage de cellulose donné, plus l'angle micro fibrillaire sera faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre seront élevées ; plus l'angle micro fibrillaire sera important, plus l'allongement à la rupture sera important. Le tableau. I.3, présente, pour différentes fibres, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, les dimensions des fibres et le rapport d'aspect L/d (longueur/diamètre). Le rapport L/d est un paramètre important pour permettre le transfert de contraintes entre les fibres et la matrice.

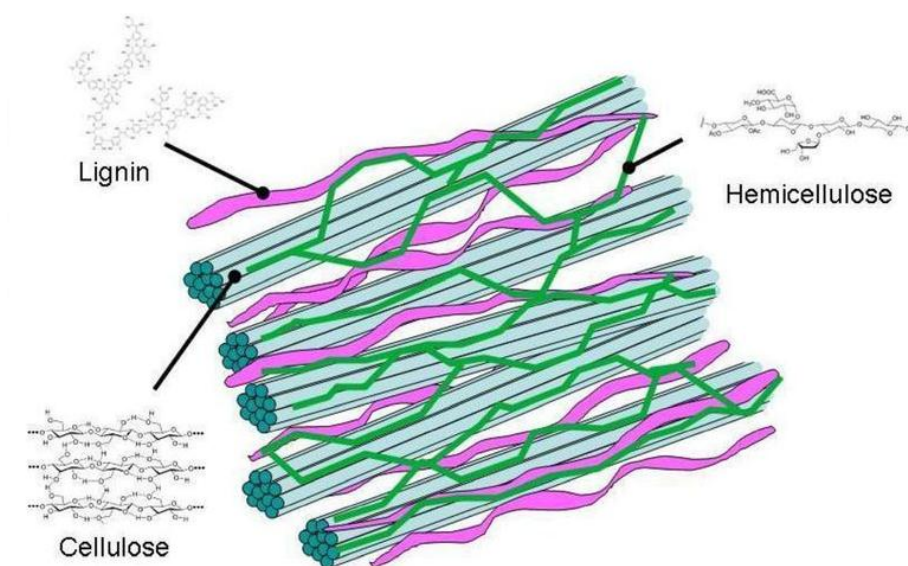


Figure I. 6 Schéma de la structure d'une fibre végétale [12].

La résistance à la traction ainsi que le module d'Young des fibres végétales comme le chanvre, la fibre de coco, sont inférieurs à ceux des fibres de verre couramment utilisées dans les composites. Toutefois, la densité de fibres de verre est plus élevée ($\sim 2.5\text{g/cm}^3$), tandis que celle des fibres naturelles est beaucoup plus faible ($\sim 1.4\text{g/cm}^3$). La résistance spécifique et le module de Young spécifique de certaines de ces fibres naturelles sont tout à fait comparables aux fibres synthétiques. Cela devient particulièrement important lorsque le poids de la structure a besoin d'être réduit. Le tableau I.3 compare les propriétés mécaniques de quelques fibres naturelles à celles des fibres de verre [14].

Tableau I. 2 Résumé de la composition et les propriétés de certaines fibres naturelles contre la fibre de verre [14].

type de fibre	cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicelluloses (%)	densité (g/cm ³)	allongement à la rupture (%)	résistance à la traction (MPa)	module de Young (GPa)	Angle microfibrillaire (°)
Lin	64-71	2,2	18,6-20,6	1,5	2,0-3.2	345-1100	27,6	10
chanvre	57-77	3,7-13	14-22,7	--	1,6	690	---	6,2
jute	41-48	21-24	18-22	1,3-1,45	1,16-1,8	393-773	13-26,5	8
sisal	47-78	7-11	10-24	1,45-1,5	2-2,5	468-640	9,4-22	20
coco	36-43	41-45	15-25	1,2	15-40	131-175	4-6	45
E-verre	---	---	---	2,5	2.5	2000-3500	70	---
R-verre	---	---	---	2,5	2,8	4750	86	---

I.3.1. Cellulose

La cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréo régulière composée de maillons de glucose C₆H₁₂O₆ (figure I.7). Le motif de répétition est le dimère cellobiose. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose. Ce polymère présente un grand intérêt du point de vue industriel puisque de nombreuses fibres (coton, chanvre, jute, lin...) sont composées de cellulose.

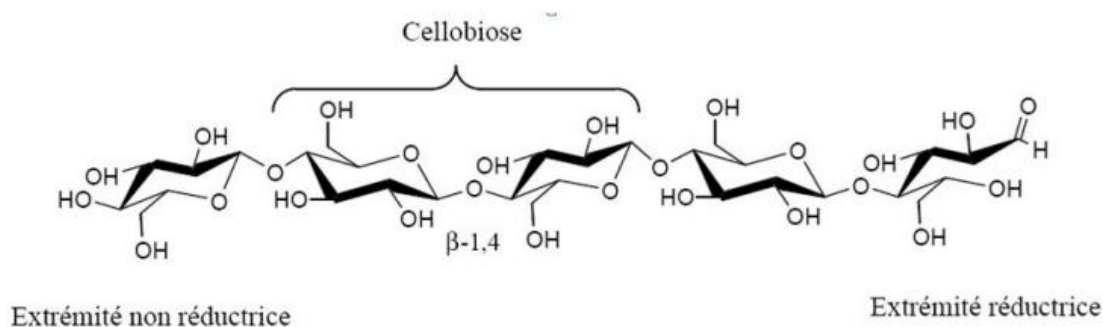


Figure I.7 Molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène [12].

I.3.2. Hémicellulose

L'hémicellulose n'est pas du tout une forme de cellulose. Elle comprend un ensemble de polysaccharides (hors pectine) qui restent associés à la cellulose après le retrait de la lignine (figure I.8). L'hémicellulose forme la matrice de support des micro-fibrilles de cellulose [15]. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [17]. Et contrairement à la cellulose, les constituants de l'hémicellulose diffèrent d'une plante à l'autre [18-19].

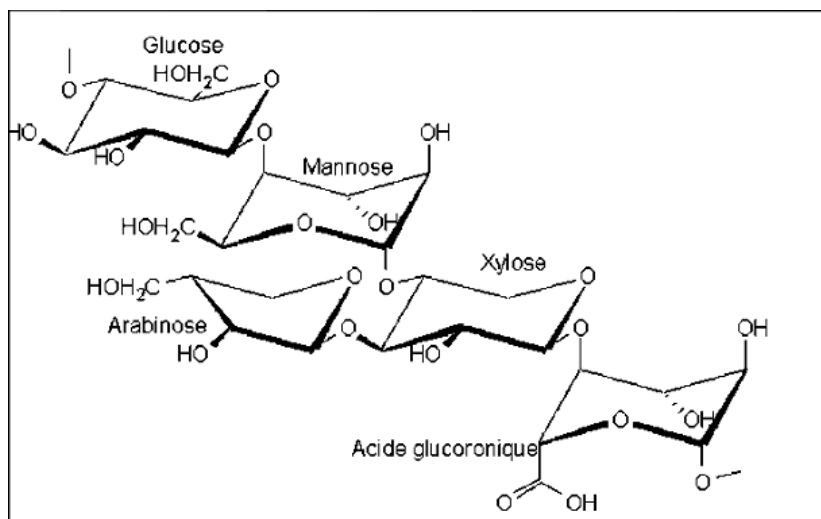


Figure I.8 Exemple de Structure hémicellulose [16].

I.3.3. Lignine

Les lignines sont des polymères d'hydrocarbures complexes avec des constituants à la fois aliphatiques et aromatiques [21,22] (figure I.9). La lignine participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. Ces propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose. Elle est totalement amorphe et de nature hydrophobe. De même la lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse d'environ 90°C et une température de fusion de l'ordre de 170°C. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble dans l'alcali chaud, s'oxyde facilement et est aisément condensable avec du phénol [23].

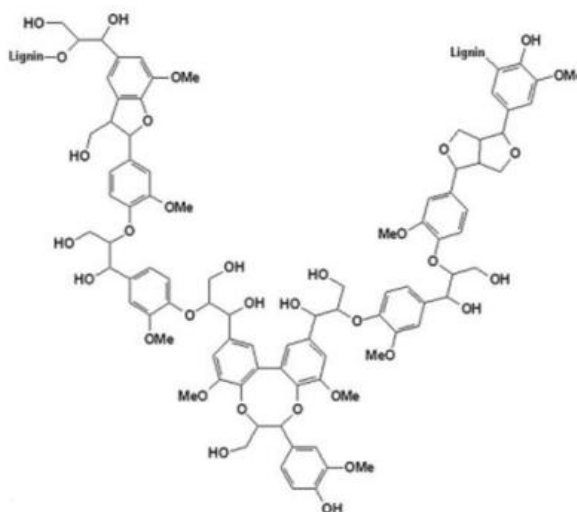


Figure I.9 Représentation structurale de la lignine [24].

I.4 APPLICATIONS DES FIBRES NATURELLES

I.4.1 Artisanal

Comme tant d'autres objets fabriqués dans les sociétés dites traditionnelles, en même temps qu'elles répondent aux besoins multiples dans la vie quotidienne, les vanneries et les tapis sont destinées aussi à provoquer un plaisir esthétique chez ceux qui les fabriquent et chez ceux qui les utilisent. Néanmoins, force est de constater que, contrairement à de nombreuses autres productions africaines, telles les poteries, les tissages, la vannerie a rarement fait l'objet d'étude de la part des anthropologues de l'art ou des ethnologues [25].



Figure I.10 : Quelques utilisations artisanales [5]

Dans la construction de bâtiments, le chanvre est d'abord utilisé pour ses qualités isolantes, ses propriétés de régulation d'ambiance et d'hygrométrie de l'espace habité qui améliorent notamment les confort d'hiver et d'été. Il peut être mis en œuvre principalement sous forme de laine, réalisée à partir des fibres du chanvre et commercialisée en plaques ou en rouleaux. Il peut ainsi se substituer aux autres isolants thermiques plus courants (laine de verre, laine de roche, etc.). Il peut aussi être mis sous forme de béton ou de mortier de chanvre, obtenus à partir de la paille de chanvre (chènevotte) mélangée à un liant à base de chaux aérienne. Il peut alors former l'enveloppe d'un bâtiment. Les techniques de mise en œuvre sont multiples, qu'elles procèdent par hourdage de blocs préfabriqués, par remplissage et/ou projection, manuelle ou mécanique, sur une structure porteuse, généralement en bois, ou encore par application d'un enduit isolant sur une surface maçonnée. Enfin, il sert surtout au remplissage d'alvéoles de structure de plancher ou de charpente en toiture [26].



Figure I.11 : Matériaux chaux-chanvre dans le bâtiment [6]

I.4.3 Transport

Le marché de l'automobile est en pleine mutation. Face à une pression réglementaire de plus en plus forte pour des objectifs environnementaux, les constructeurs établissent des cahiers des charges très sélectifs pour leurs équipementiers. Pour réduire les émissions de CO₂, et diminuer l'impact environnemental, ce marché exige des matériaux plus légers avec une recyclabilité optimisée en fin de vie. Le composite lin et chanvre répondent à ce cahier des charges pour des pièces intérieures cachées dont certaines sont structurelles. Des pièces produites et en développement incluent le passage de roues, garniture latérale de coffre, coque arrière de siège avant, tablette arrière, planche de bord, médaillon de portière, platine de rétroviseur, coiffe bouchon de dégazage réservoir liquide de refroidissement, coulisses et lécheurs .



Figure I.12 : Intérieur de portière Mercedes à base de fibres de chanvre.

Le secteur de l'aéronautique représente 4% du marché des composites. En 2014, les spécialistes tablent sur une progression très rapide. Secteur particulièrement exigeant quant à la fiabilité éprouvée de ses matériaux, l'aéronautique est d'ores et déjà concernée par les composites de lin qu'elle inclut actuellement dans ses programmes de recherche et de développement.



Figure I.13: Intérieur de l'Airbus A380 [8].

I.4.4 Sports et Loisirs

Ce secteur assimile les composites de lin à des produits ultra-techniques. Pour le confort du novice comme pour l'exigence des initiés, la légèreté et l'absorption des vibrations des équipements sont des atouts déterminants pour garantir de meilleures performances. Distribués auprès du grand public, les produits intégrant des composites de lin couvrent différents secteurs des utilisateurs de matériaux légers, maniables et robustes tels que les raquettes de tennis, raquettes de pédale, cannes à pêche, surfs et planches, skis, vélos de course, casques VTT Mountain [26].



Figure I.14 : produits de sports à base des fibres naturelles [8].

I.4.5 Produits de consommation courante

Encore marginal pour les applications d'agro-matériaux, le marché du packaging est fortement porteur : la filière emballage est soumise à une pression réglementaire croissante pour garantir tant une meilleure recyclabilité que des matières premières d'origine renouvelable. Dans cette optique, les composites à base de lin ou de chanvre augurent une nouvelle génération de matériaux légers et de bonne résistance mécanique même en faible épaisseur.

L'aspect esthétique des composites à base de lin retient parfois l'intérêt des industriels notamment dans le domaine du sport, il va de soi que ce caractère naturel génère de nouvelles créations dans le domaine de l'équipement des personnes [26].



Figure I.15 : produits quotidiens en fibres naturelles.

I.5. FIBRES D'ALFA

L'Alfa est une plante permanente qui ne disparaît pas pendant l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans la région méditerranéenne d'ouest, une région plutôt sèche. La plante est plutôt une grande herbe dure au lieu d'une plante « normale » avec une grande tige avec des ramifications et des feuilles. Par contre, beaucoup de tiges poussent en forme de cercle (du vue d'en haut) en se partageant la même racine. Les tiges peuvent atteindre une hauteur d'un mètre, et les racines une profondeur de plus d'un mètre. Entre les deux se trouve le rhizome. Les racines sont très ramifiées avec beaucoup de nœuds où de nouvelles racines secondaires commencent. De cette façon, l'alfa est bien ancré dans le sol [28,29].

En Algérie, l'Alfa peut être rencontré partout, depuis les pentes S de l'Atlas tellien jusqu'à la bordure N du Sahara; on le trouve soit sous forme de vastes peuplements (mers d'Alfa) principalement sur les Hauts-Plateaux, soit en touffes dispersées sous le couvert de la forêt

xérophyte tellienne. La superficie qu'il couvre dans la colonie peut être évaluée à environ 3 800 000-4 000 000 ha, sur lesquels 3 000 000 ha sont exploités ou exploitables.

Le nom latin d'alfa est *Stipa Tenacissima* L., le nom anglais est Esparto grass ou Esparto. La plante est une graminée et est un membre de la famille des herbes. C'est une plante permanente qui ne disparaît pas pendant l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans la région méditerranéenne d'ouest, une région plutôt sèche. La plante est plutôt une grande herbe dure au lieu d'une plante « normale » avec une grande tige avec des ramifications et des feuilles. Par contre, beaucoup de tiges poussent en forme de cercle (du vue d'en haut) en se partageant la même racine. Les tiges peuvent atteindre une hauteur d'un mètre, et les racines une profondeur de plus d'un mètre. Entre les deux se trouve le rhizome. Les racines sont très ramifiées avec beaucoup de nœuds où de nouvelles racines secondaires commencent. De cette façon, l'alfa est bien ancré dans le sol [28].



Figure I.16 : La plante d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.).

I.5.1 Récolte de l'Alfa:

L'Alfa se récolte après la maturation des graines, c'est-à-dire, à partir de juillet-août. La récolte commence par l'enlèvement des feuilles uniquement à la main, par arrachage, suivant la pratique adoptée depuis toujours, soit en enroulant les feuilles autour d'un bâton court, soit en se garnissant la main d'une tige de métal. Le javeleur saisit une poignée d'Alfa, l'enroule autour d'une tige métallique pour assurer sa prise et tire brusquement. Avec son pied il retient les racines pour les empêcher d'être arrachées en même temps que les feuilles. Celles-ci sont liées en petites balles avec une tresse d'Alfa. Puis ces petites balles sont pressées pour

constituer les grosses balles qui seront envoyées au centre de collecte. Ensuite, l'Alfa pesée sera stockée dans ces centres avant d'être transférée à l'usine, pour en extraire la pâte à papier en particulier.

Aujourd'hui, il serait possible de mécaniser la récolte d'alfa, cependant, la voie de la mécanisation n'a pas été suivie, car d'un côté, la récolte manuelle fournit un revenu à quelques milliers de cueilleurs, et d'autre part, comme c'est une activité saisonnière, cela ne serait pas économiquement rentable, en plus de la difficulté d'accès et la topographie particulière des nappes alfatières.



Figure I.17. Les différentes étapes de la récolte de l'Alfa, l'arrachement, la collecte et la mise en balle [13].

I.5.2 Répartition géographique

Par ailleurs, c'est l'une des espèces xérophiiles qui caractérise le mieux les milieux arides méditerranéens à l'exclusion des secteurs désertiques. Sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, et tout particulièrement les hauts plateaux du Maroc et de l'Algérie. Mais cette espèce est présente aussi en Espagne, au Portugal, aux Baléares, et elle s'étend vers l'est jusqu'en Égypte en passant par la Tunisie et la Libye. En France, elle serait présente uniquement dans le département du Var. Au sud et à l'est, la limite naturelle de l'Alfa est déterminée par la sécheresse en bordure du Sahara. En revanche, au nord et à l'ouest, c'est l'humidité croissante du climat qui l'élimine de la flore, elle est beaucoup plus rare dans les étages subhumide et surtout humide [28]. La répartition territoriale connue à ce jour est estimée à: Algérie:

4.000.000 ha, Maroc: 3.186.000 ha, Tunisie: 600.000 ha , Lybie: 350.000 ha et Espagne: 300.000 ha.



Figure I.18 : Répartition territoriale de l'alfa [20].

I.5.3. Etude botanique

La plante d'Alfa comprend une partie souterraine et une autre aérienne. La partie souterraine, appelée le Rhizome, est formée d'un réseau complexe de racines très ramifiées de 2 mm de diamètre environ et profondes de 30 à 50 cm, qui se terminent par les jeunes pousses. La partie aérienne est constituée de plusieurs branches portant des gaines emboîtées les unes dans les autres, surmontées de limbes longs de 30 à 120 cm. La face inférieure des limbes est légèrement brillante, la face supérieure porte de fortes nervures. L'une et l'autre sont recouvertes d'une cire isolante qui permet à la plante de résister à la sécheresse [28].

La tige est creuse et cylindrique, et régulièrement interrompue au niveau du nœud par des enchevêtrements des faisceaux.

Au même niveau, se trouvent des bourgeons qui donneront naissance soit à un entre-nœud, soit à une tige, ou reste sous la forme d'une réserve qui entrera en activité lorsque la souche sera épuisée.

Les feuilles sont cylindriques, très tenaces, longues de 50 à 60 centimètres. La fleur est protégée par deux glumes de longueur égale. La glumelle supérieure semble partiellement séparée en 2 parties et la glumelle inférieure est plus fine.

Généralement, les fleurs apparaissent vers la fin avril début mai et sont de couleur verte. Le fruit est un caryopse (une sorte de grain) qui mesure 5 à 6 mm de longueur. Sa partie supérieure est brune et porte souvent des traces desséchées.

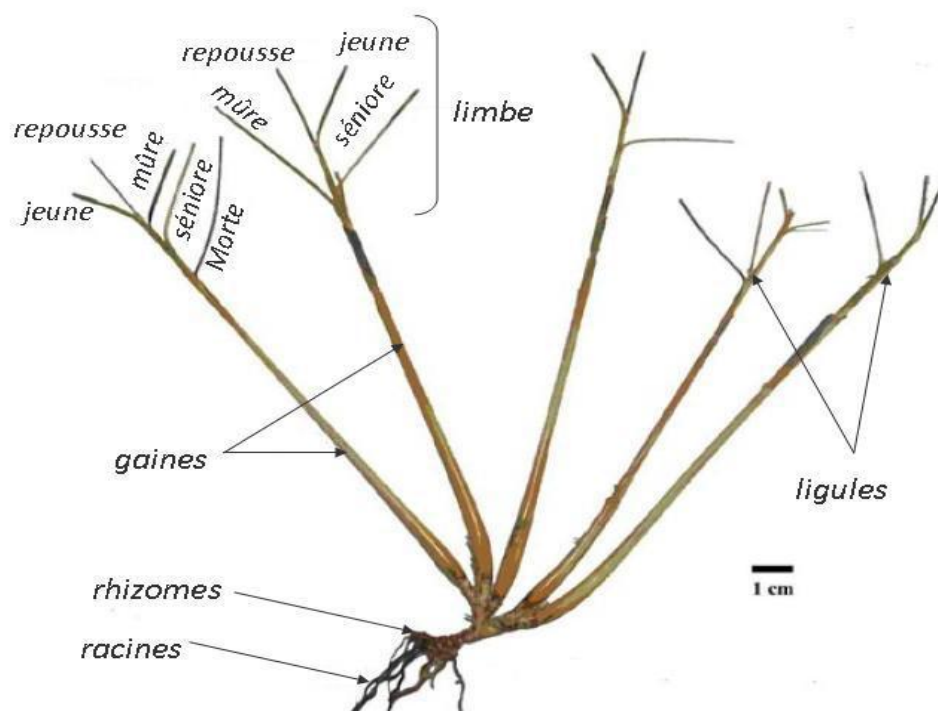


Figure I.19 : Morphologie de la plante d'Alfa[32].

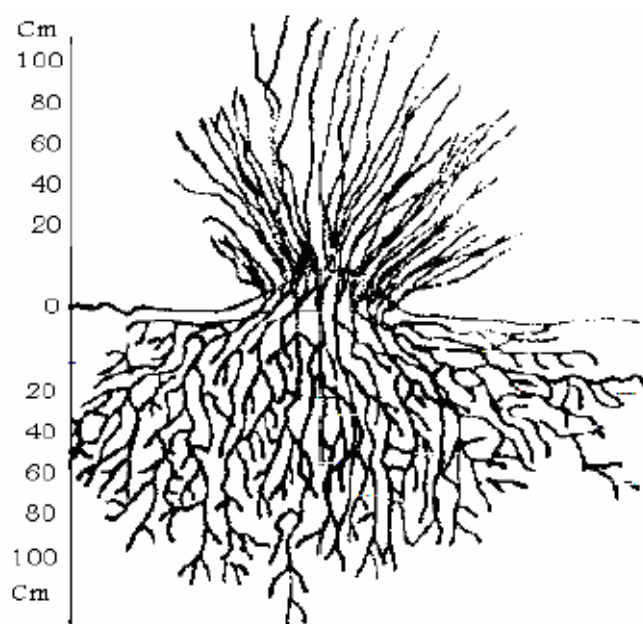


Figure I.20 : Représentation de la plante alfa[32].

La floraison a lieu à partir de la fin du printemps et durant tout l'été. Cette espèce est hermaphrodite (présentant les 2 sexes sur la même fleur). La pollinisation se fait de manière entomogame c'est-à-dire que le pollen est véhiculé par des insectes, et la dissémination des graines se fait par anémochorie (le mode de dispersion des graines des végétaux se faisant grâce au vent) [28].

I.5.4. Structure et morphologie des fibres

En général, la structure des fibres est hétérogène. Les plus petites parties dans les fibres sont les filaments cellulosiques ou les fibrilles, ayant des longueurs de 2 à 5 μm et des diamètres de 5 à 10 μm . Ces fibrilles se sont liées d'une manière dense par l'hémicellulose en formant les fibres [30]. Leur coupe transversale a une forme irrégulière comme le montre la photo prise avec un microscope optique (Figure I.21). Les fibres ont un diamètre de 50 μm environ (Figure I.22). Ensuite les fibres se sont liées par la lignine et des pectines ce qui donne les faisceaux de fibres, c'est-à-dire les fibres techniques. Le lumen dont la fonction est le transport de l'eau dans la plante vivante, est étroit. La coupe transversale des faisceaux de fibres montre que la section n'est pas circulaire et que le diamètre est 200 μm environ (Figure I.23). La liaison des faisceaux de fibres donne finalement la tige (Figure I.24).

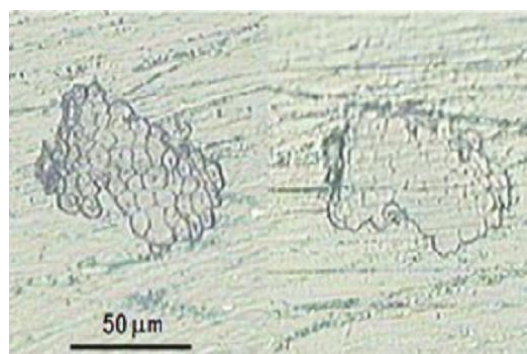


Figure I.21 : Image microscope optique des fibres composées de filaments cellulosiques [30].

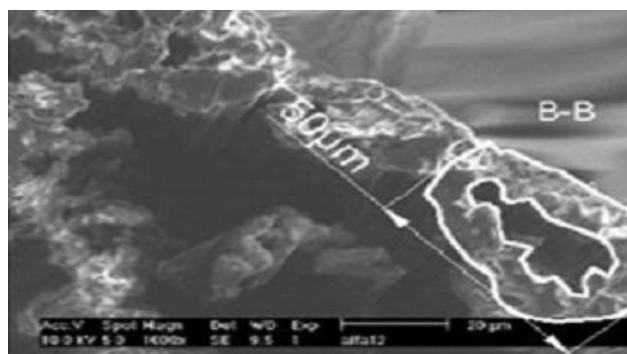


Figure I.22 : Coupe MEB transversale des fibres [31].

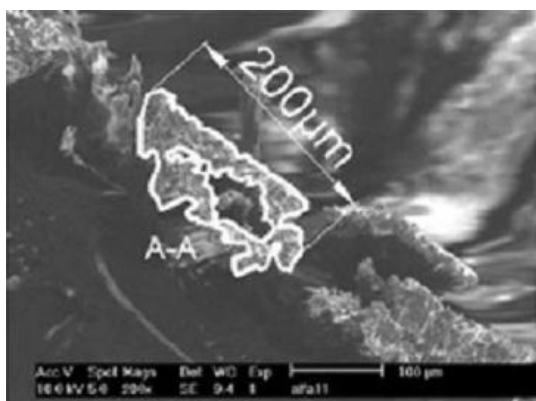


Figure I.23: Coupe MEB transversale de faisceaux de fibres d'alfa [31].

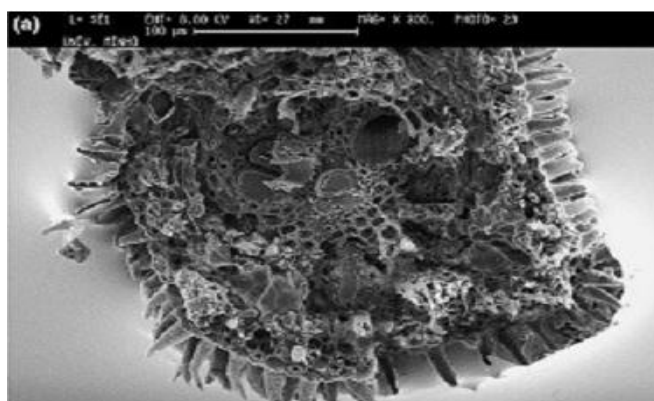


Figure I.24 : Coupe MEB transversale de la tige d'alfa [30].

I.5.5. Composition chimique

Tout d'abord, il est intéressant de connaître la répartition des différents composants de l'alfa. O. Akchiche, A.B. Marchak et Y.G. Butko ont publié en 1987 des résultats d'analyses chimiques. Ils ont trouvé 74.5% d'hydrocarbures, parmi lesquelles la cellulose, l'hémicellulose et les pectines, et 18.5% de lignine. Les taux des composants varient selon la source :

Tableau I.3 : La composition d'alfa [26].

Matière	[8] (%)	[6] (%)	[7] (%)	[9] (%)
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	22,15
Cires		5	5	
Extraction et autres	2,61			7,39
Somme (%)	100	100	100	100

I.6 Conclusion

On conclut de ce qui précède que les fibres naturelles présentent de nombreux avantages : faible coût, ressource renouvelable, biodégradabilité, propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité) mais certains inconvénients peuvent freiner le développement industriel tels que, la méthode de mise en œuvre difficilement reproductible (non industrielle, des propriétés physiques non reproductibles, la quantité et la qualité des fibres, la morphologie des fibres).

I.7 Références

- [1] Bouzouita.S. Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel. Thèse de doctorat Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, Tunisie, 2011.
- [2] BEN MLIK. Y, Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles , Thèse de doctorat, Genie Textile, Ecole Nationale d'Ingenieurs de Monastir. Université de Monastir, Tunisie, 2012.
- [3] Florent. I , Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre , thèse de doctorat, Spécialité :Systèmes Mécaniques et Matériaux,Université de Technologie Troyes, France, 2013.
- [4] BARRAU. J.J, «Structures en matériaux composites», livre, Éd Techniques de l'Ingénieur, Technique d'ingénieur, 2004
- [5] Sbiai A., Kaddami H., Fleury E., Maazouz A., Erchiqui F., Koubaa A., Soucy J., Dufresne A., Effect of the Fiber Size on the Physicochemical and Mechanical Properties of Composites of Epoxy and Date Palm Tree Fibers, *Macromolecular Materials and Engineering*, Vol. 293,N° 8, 2008, pp. 684-691
- [6] Benzidane .R , Étude du comportement en fatigue des plaques sandwichs à base de bois de palmier thèse de doctorat Génie maritime, Université Mohamed Boudiaf, Oran Algerie, 2020.
- [7] Document est la propriété de FRD. « Fibres et renforts végétaux Solutions composites », Fibres Recherche Développement (FRD), Troyes – France (Mars 2012).
- [8] Hamamousse. K , Etude de l'impact dans les panneaux renforcées par un composite à base de fibres naturelles , thèse de doctorat Génie maritime, Université Mohamed Boudiaf, Oran Algerie ,2020.
- [9] A.Moulay, K.Benabdeli and A.Morsli , Contribution à l'identification des principaux facteurs de dégradation des steppes a *Stipa tenacissima* du sud-ouest Algerien , *Mediterranea*, Serie de estudios biológicos época II, n° 22, Universidad de Alicante (2011).
- [10] BOULOC .P, Le chanvre industriel, livre, Ed. France Agricole, Paris,France, 2006.
- [11] Rowell RM.; Han JS.; Rowell JS. Characterization and factors effecting fiber properties in natural polymers and agro fibers based composites. *Natural polymers and biobased composites* 2000; 115–135.

- [12] Bledzki AK. ; Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibers. Progress in polymer Science, 24 p 221-274 (1999).
- [13] Mohamed .D. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse de doctorat Université de Haute Alsace - Mulhouse, France. 2012.
- [14] Jimmy Chi-Ming Fung. A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic. Thèse de doctorat. October 2009.
- [15] Dalour Mohammad Hossen Beg. The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.
- [16] Maya Jacob John; Rajesh D.; Anandjiwala, 2008; Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites; Polymer composites, 187-207.
- [17] Nevell TP.; Zeronian SH. Cellulose chemistry and its applications edited by T.; Nevell P.; and Zeronian S. H.; Ellis Horwood; Chichester, 1985.
- [18] Gassan J.; Bledzki AK. Internationals Techtexil Symposium, Frankfurt, 20–22 June 1995.
- [19] Kritschewsky GE. Chemische technology von textile materialien. Moskau, Legprombitisdat 1985.
- [20] Sghir Salim. Contribution à l'étude de l'évolution de la nappe alfatière dans lamise en défens de Mekaidou. Mémoire de Master, université de Tlemcen, Algérie, 2017.
- [21] Enrique Alarcón-Gutiérrez, Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne, Thèse de doctorat en Sciences de l'environnement. Biologie de populations et écologie, Aix-Marseille 3, France 2007
- [22] Ofomaja AE.; Naidoo EB. Biosorption of copper from aqueous solution by chemically activated Pinecone: A kinetic study. Chem Eng J 2011; 175: 260– 270.
- [23] Arrakhiz FZ.; Elachaby M.; Bouhfid R.; Vaudreuil S.; Essassi M.; Qaiss A. Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment. Mater Design 2012; 35:318–322.
- [24] Mohamed. D, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, 12 Décembre 2012.

- [25] Jean-Luc .W, Les biocomposites et composites polymère-chanvre en particulier.livre Unité de Chimie biologique industrielle, Université de Liège – Gembloux Agro-Bio Tech, France. 2014
- [26] Eva. R ,Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles ,livre Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA) :Filière Textile et Fibres, Année universitaire France 2009 – 2010.
- [27] Vi Vi Do Thi. Matériaux composites a fibres naturelles / polymère biodégradables ou non.Thèse de doctorat, Matériaux Polymères et Composites, 'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE France, 20 juillet 2011.
- [28] Bessadok A., Marais S., Gouanvé F., Colasse L., Zimmerlin I., Roudesli S., Métayer M., , Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties, Composites Science and Technology. 2007
- [29] D.THI Vi Vi , Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non , Thèse de Doctorat (Juillet 2011), Université de Grenoble et Université des sciences de Hochiminh Ville .France
- [30] Paiva M.C., Ammar I., Campos A.R., Cheikh R.B., Cunha A.M., Alfa fibres : Mechanical, morphological and interfacial characterization, Composites Science and Technology, 67, 2007, 1132-1138.
- [31] Brahim S.B., Cheikh R.B., Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite, Composites Science and Technology, 67, 2007, 140-147.
- [32] Hellal B, Influence du paillage sur la composition floristique de la steppe à alfa et du fatras sur la biomasse foliaire de l'alfa. Mémoire de Magister en biologie. Ecol. Vég. Dép. Bio. Fac. Sci. Univ. Abou Bakr Belkaid Tlemcen. 1991.

CHAPITRE II



Réalisation et caractérisation des composites biosourcés

II. Introduction

L'extraction des fibres végétales est un procédé classique. Le filage des fibres nécessite des transformations : l'extraction et la purification de la matière première ou brute en une forme filable. Vu la diversité des matières brutes, le procédé d'extraction diffère d'un type à l'autre. Pour le coton, les fibres sont sous une forme plus ou moins filable. Certains traitements sont indispensables (élimination des graines etc...). Par contre, d'autres types se récoltent sous forme de tiges. Donc l'extraction des fibres ultimes (filables) est nécessaire. Au cours de l'extraction, on élimine les liants comme les pectines et la lignine. Les fibres obtenues sont appelées les fibres ultimes. Selon la nature et le domaine d'utilisation des fibres, de différentes techniques sont proposées: mécaniques, chimiques et biologique [1].

L'extraction des fibres végétales s'effectue selon différentes manières ou procédés. Certains sont utilisés depuis de nombreuses années, d'autres nouveaux à large production. Au cours des années, ces procédés se sont améliorés, on a de plus en plus recouru aux types d'extraction moins polluants, qui n'altèrent pas la biosphère.

Dans le présent chapitre, nous avons proposé les différentes techniques d'extractions de fibres naturelles pour arriver à des meilleures caractéristiques mécaniques. Par la suite, nous avons effectué notre propre protocole d'extraction des fibres d'Alfa. Pour la résine Epoxy, nous avons procédé à la réalisation d'éprouvettes afin d'établir des essais de traction pour tirer les principales propriétés mécaniques. La même opération a été faite sur des composites biosourcés contenant de multiples cellules avec un arrangement hexagonal des fibres d'Alfa. Au sein de chaque cellule, nous avons créé des cassures de fibres pour voir leur effet sur le comportement global du composite.

II.1 Les différentes méthodes d'extraction

L'Alfa est souvent utilisée sous forme de pâte à papier ou bien à l'état pure, donc, l'extraction des fibres d'Alfa est une notion récente qui est limitée à une pratique traditionnelle: l'extraction à l'eau de mer et une autre méthode chimique à la soude avec des faibles concentrations pour ne pas dégrader la cellulose, mais là aussi, il s'est avéré qu'il y avait plusieurs paramètres à contrôler simultanément, d'où la difficulté de la tâche. En plus, selon l'application finale de ces fibres extraites, les chercheurs essayent d'optimiser ces paramètres de la façon la plus adéquate, en conséquence, il existe une multitude de méthodes d'extraction de fibres cellulosiques.

II.1.1 Extraction mécanique

L'extraction mécanique des fibres comprend diverses étapes, développées depuis l'Antiquité, principalement pour récupérer les fibres de chanvre et de lin. Aujourd'hui, ce traitement est un processus complètement automatisé mais les étapes n'ont pas changé [2].

a) *Le teillage*

Il s'agit d'un procédé permettant de rompre l'adhésion et séparer les fibres entre elles du corps de la tige en ouvrant les faisceaux de fibres pour aboutir à des faisceaux plus fins.

Durant ce processus le coeur de la tige est brisé à plusieurs reprises en petits morceaux tout en gardant les propriétés des fibres. Ils existent deux méthodes principalement utilisées pour cet effet : les rouleaux tournants et les broyeurs à marteau [3, 4]. Cette technique est plutôt utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre, les tiges sont prises par leurs extrémités et insérées dans le tilleul ou l'écang (instrument manuel à levier) si l'opération est manuelle. Les tiges sont battues pour enlever le bois, et cette opération est répétée jusqu'à ce que les fibres soient le plus souples possible. Les morceaux de bois récupérés sont appelés les «anas». Cette méthode ancestrale a été toujours effectuée manuellement avant de laisser la place aux machines, nous retrouvons aujourd'hui des systèmes complètement automatisés qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges sans aucune intervention humaine grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines denture (Figure II.1). Par la suite, elles passent sous la cannelure des rouleaux avec un angle proche de 90° pour rendre le broyage plus efficace. L'opération est effectuée successivement côté pied et côté tête. Les fibres courtes appelées aussi étoupes, moins résistantes, Et les anas sont récupérées par aspiration et séparées. Cette technique est améliorée si les tiges au départ sont dures et sèches, d'où la nécessité d'une étape préliminaire qui consiste à chauffer les tiges dans un four ou par un fumage. Enfin, pour donner aux fibres obtenues un meilleur aspect, les faisceaux de fibres sont divisés et parallélisés par une opération de peignage et séparées selon leur longueur [5].



(a)

(b)

Figure II.1.1.a a) Ecang pour teillage manuel b) cylindres cannelés pour teillage mécanique [9]

b) Par déflexion

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage, les machines s'appellent «raspadors» (grattoir en langue espagnole), elles râpent les feuilles de la plante et libèrent les fibres. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entraîné par un moteur, sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier ont été fixés. Les tiges insérées en amont de la machines, sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le côté opposé [6]. La poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot (Figure II.2) [7].

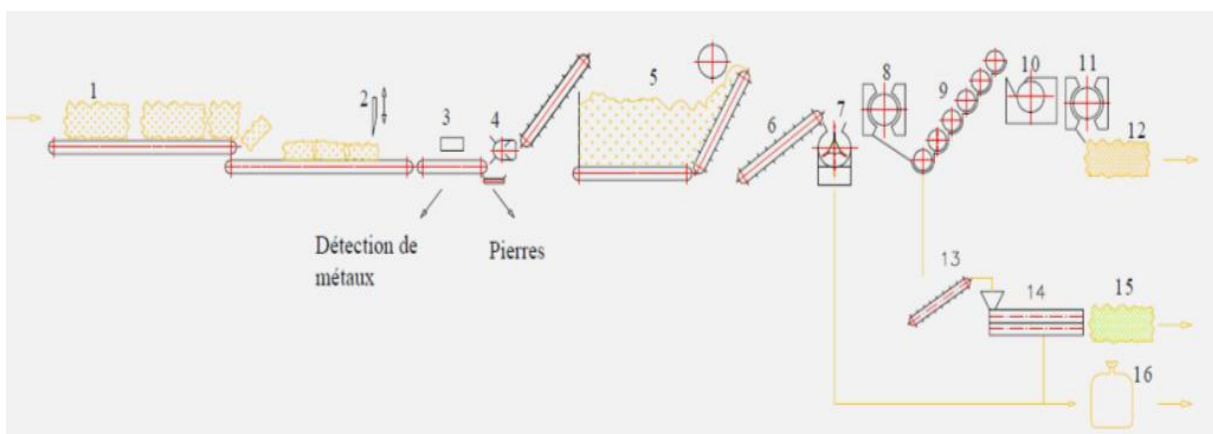


Figure.II.1.1.b Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage développée par la société ATB [7]

1. Balles de paille

2. Découpage
3. Détecteur de métaux
4. Séparateur de pierre
5. Système de dosage
6. Transporteur
7. Machine d'extraction
8. Condensateur
9. Nettoyeur
10. Ouverture horizontale
11. Condensateur
12. Balles de fibres
13. Transporteur
14. Fraction axiale
15. Fibres courtes
16. Chènevotte

c) Par laminage

Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasés sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des 2 traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [8].



Figure II. 1.1.c Machine de laminage manuel.

d) Par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur connue également sous l'appellation anglaise « Steam explosion » (Fig.II.1.d) parue en 1924 est un procédé thermo mécano-chimique qui permet la déstructuration de la matière ligno-cellulosique par l'action combinée de la chaleur issue de la vapeur, des hydrolyses induites par la formation d'acides organiques et du cisaillement résultant de la chute brutale de pression. Tous ces procédés d'extraction mécanique souffrent de deux problèmes majeurs. Le premier réside au niveau du risque élevé de chute de propriétés mécaniques des fibres suite aux sollicitations mécaniques qui peuvent être agressives et altérer les caractéristiques intrinsèques de fibre et ceci quel que soit le mode de séparation suivi. Le deuxième étant le prix élevé des lignes d'extraction et leur encombrement, ce qui n'est pas toujours rentable quand il s'agit de petites productions [14].

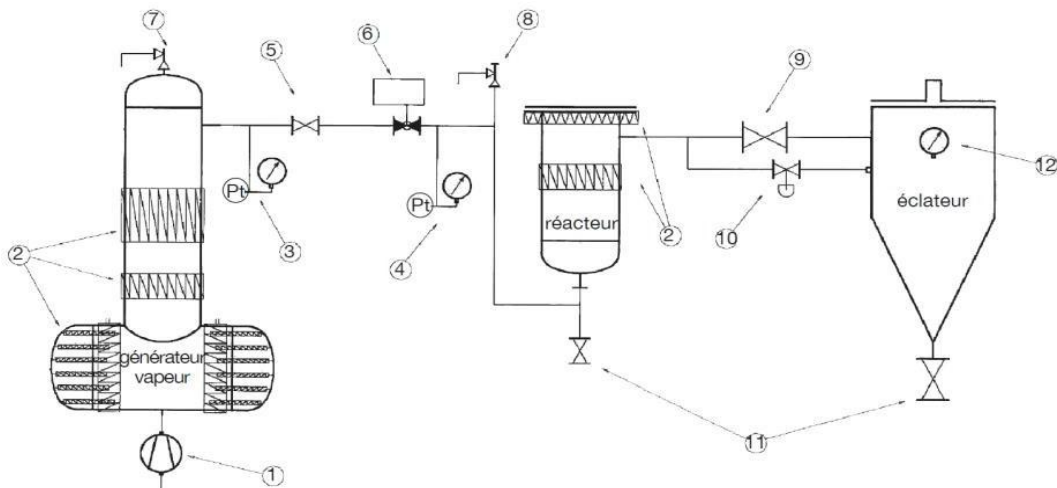


Figure II.1.1.d Schéma général d'une installation de Steam explosion [9]

- 1 : pompe haute pression
- 2 : colliers chauffants
- 3 : mesure de pression et de température du générateur
- 4 : mesure de pression et de température du réacteur
- 5 : vanne d'isolement
- 6 : vanne de mise en charge
- 7 : soupape de sécurité du générateur
- 8 : soupape de sécurité du réacteur
- 9 : vanne d'éclatement
- 10 : vanne de purge lente
- 11 : vannes de récupération des produits

12: manomètre éclateur

II.1.2 Extraction chimique

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non celluloses. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables.

a) Procédé Kraft

Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'Hydroxyde de Sodium (NaOH) et de Sulfure de Sodium (Na₂S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation. La température de cuisson est comprise entre 170° et 175°C pour une durée de 2 à 4 heures. Lors de la cuisson, le sulfure de sodium est hydrolysé en soude, en NaHS et en H₂S. Les différents composés soufrés présents réagissent avec la lignine pour donner des thiolignines plus facilement solubles. La soude joue aussi un rôle de délignification qui s'associe à celui du sulfure et de ses dérivés. La liqueur appliquée au matériau est appelée liqueur blanche. La liqueur extraite du réacteur contenant les composés éliminés de la paroi est appelée liqueur noire [10].

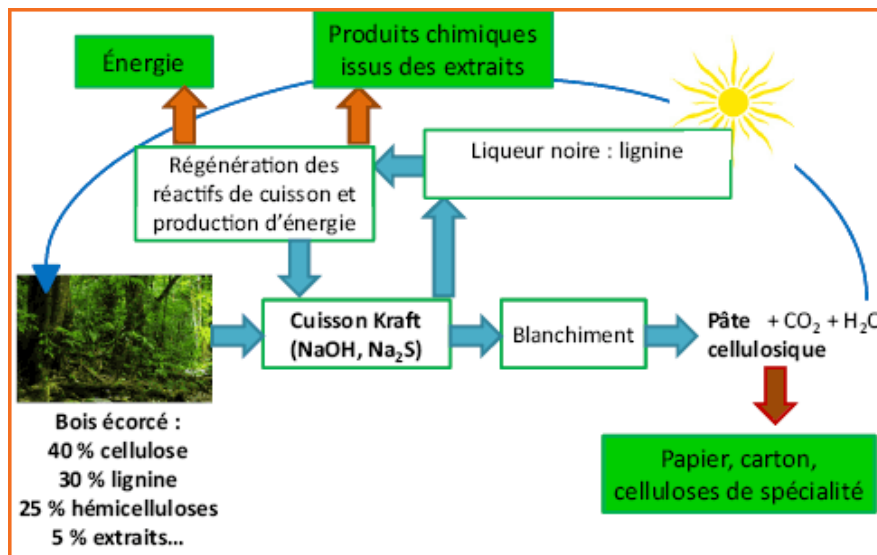


Figure II.1.2.a Procédé Kraft actuel.

b) Procédé au bisulfate

Le procédé au bisulfite permet de séparer la lignine des fibres de cellulose en utilisant divers sels de l'acide sulfureux. Les sels utilisés dans le processus de réduction sont en fonction du pH: des sulfites (SO_3^{2-}) ou bisulfites (HSO_3^-). Il est basé sur la réaction sur la lignine de l'hydrogénosulfite de calcium, sodium, ammonium ou magnésium contenant de l'anhydride sulfureux libre. L'anhydride sulfureux est préparé par combustion à partir du soufre dans un excès d'air. Le bisulfite est directement obtenu par réaction de l'anhydride sulfureux. Le pH est situé entre 1.5 et 5 (sulfites ou bisulfites), la durée est entre 4 et 14 heures et la température de 130° jusqu'à 160°C qui sont aussi en fonction de la base utilisée [10].

c) Procédé acide

Les composants non cellulosiques sont éliminés par l'action d'un acide de préférence fort tel que l'acide sulfurique qui transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique qui, grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium.

d) Procédé Soude-Anthraquinone

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés quinoniques dont fait partie l'anthraquinone. De ce fait, le temps de cuisson peut être réduit et le rendement en pâte augmenté. Les propriétés de ces pâtes sont comparables à celles des pâtes kraft. L'indice kappa est comparable à celui des pâtes kraft. L'effet de l'anthraquinone est plus marqué sur le procédé à la soude (procédé n'utilisant que la soude comme agent de délignification) [10].

e) Procédé à la soude

Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose, ainsi que les différents constituants formant la réserve et la paroi extérieure de la tige de plante. La température, la pression, la concentration et la durée du traitement sont à définir en fonction du lot, l'âge et le type de la plante de telle façon à ne pas dégrader les fibres cellulosiques. Il est conseillé de contrôler le pH de la solution et l'ajuster autour de 7. Des réducteurs peuvent être rajoutés pour empêcher l'oxydation de la cellulose.

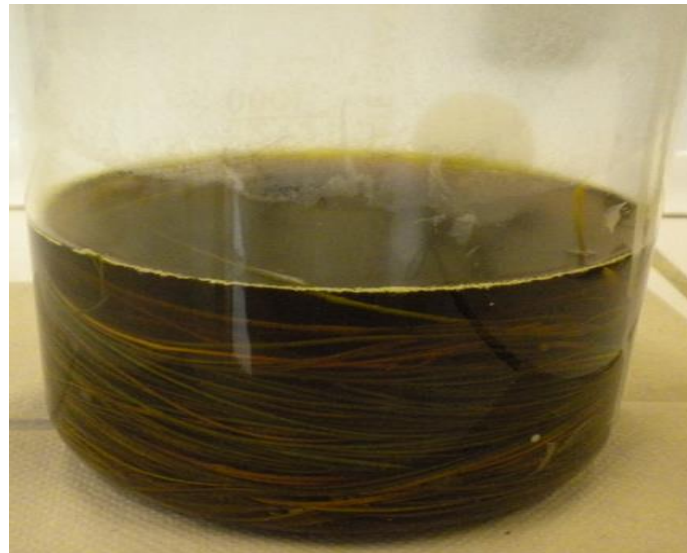


Figure II.1.2.e Extraction par procédé à la soude

f) Procédé au sulfate neutre de sodium

Les fibres sont extraites à l'aide d'une solution de sulfate de sodium avec de carbonate de sodium à une température de 170° à 180°C sous pression (en autoclave). Les substances ligneuses sont ainsi délignifiées, sulfonées et dépolymérisées et les hémicelluloses sont dissoutes, les fibres cellulósiques sont alors libérées.

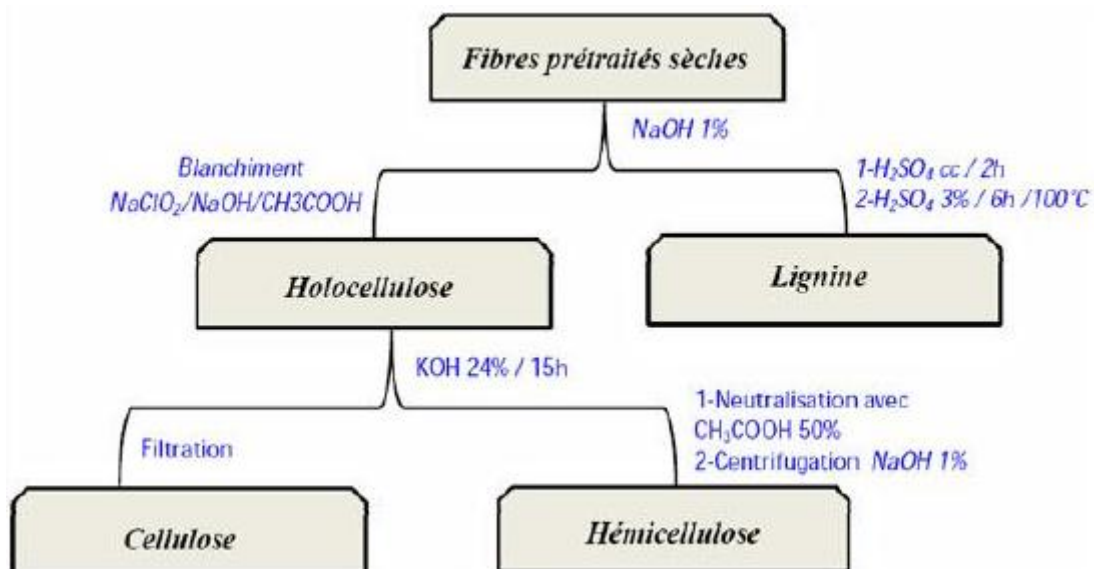


Figure II.1.2.f Extraction par Procédé au sulfate neutre de sodium.

II.1.3 L'extraction biologique

a) Le rouissage à terre

Le rouissage est un procédé naturel destiné à favoriser l'extraction des fibres, il consiste à étaler les tiges dans un champ après sa récolte, afin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie ce qui va favoriser le développement de microorganismes capables de dissocier les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante par élimination des liaisons qui les relient ensemble. Cette opération peut durer 6 à 8 semaines en fonction de la météo. Malgré l'efficacité de cette méthode, elle connaît plusieurs handicaps qui résident dans sa dépendance entière des conditions météorologiques, le moindre problème tel qu'un excès d'humidité ou un manque peut affecter directement la qualité des fibres obtenues. En effet si les tiges sont trop rouies, elles doivent être brûlées obligatoirement car elles pourrissent difficilement et lentement, et favorisent ainsi l'éclosion de maladies pour la culture suivante. Si la récolte n'est pas assez rouie, elle n'est pas transformable, et donc invendable. Un autre paramètre difficile à contrôler et qui nécessite un bon dosage, c'est le vent qui peut être à la fois un ennemi et un allié lors du rouissage. Quand il souffle trop fort, les tiges sont emportées vers l'extrémité du champ, mais il est nécessaire au séchage, c'est donc l'alternance des périodes de sec et d'humidité avec un vent léger qui favorise un bon rouissage. Une autre difficulté de ce procédé est sa durée très longue.

Donc le rouissage à l'air est un procédé efficace si la météo est bonne mais qui reste très lent, par conséquent, c'est un procédé aléatoire [15]

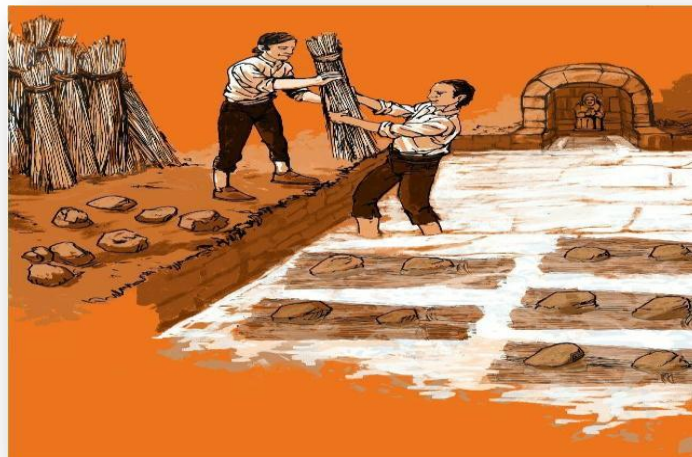


Figure II.1.3.a. Rouissage du lin [16].

b) Le rouissage à l'eau

Ce type de rouissage repose sur le même principe de développement de micro-organismes que le rouissage à l'air, la différence est que les tiges sont plongées dans l'eau pendant plusieurs jours. Les bottes de 5 à 7 Kg sont soumises à l'action de bactéries anaérobies. Dès que les fibres se détachent sur toute la longueur, la plante est sortie de l'eau pour être séchée. Cette technique donne des résultats moins aléatoires que la première mais elle présente un handicap majeur : la pollution de l'eau. En effet, le rouissage du lin et du chanvre très répandu au nord de l'Europe (France, Belgique, Pays Bas) s'effectuait traditionnellement en rivière avant qu'il soit interdit au début du 20ème siècle pour des raisons environnementales, à cause de la décomposition bactérienne des bottes trempées au fond des rivières. L'eau devenait d'une couleur rousse et des nuisances olfactives gênaient les riverains, la Lys par exemple était très réputée. Le rouissage à l'eau est effectué ensuite en cuve, dans de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce que les fibres soient délignifiées et non adhérentes. Cette technique est en régression continue, au profit du rouissage à terre [10].



Figure II.3.1.b. Rouissage à l'eau de tiges de jute. [16]

c) Par action microbienne

Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non cellulosiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes : les bactéries, les protozoaires et les champignons. Dans la première catégorie de bactéries, il existe trois espèces, une qui possède une activité dépolymérase et une autre glycosidasique capables d'hydrolyser la chaîne principale et de couper les chaînes latérales en utilisant les oligosaccharides et les

oses libérés. La deuxième possède uniquement une activité dépolymérase mais incapable d'utiliser les produits d'hydrolyse des hémicelluloses. Enfin la troisième, qui possède des activités glycosidasiques mais dépourvue d'activité dépolymérase. 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. Concernant les champignons, ils sont capables de dépolymériser les hémicelluloses et d'utiliser les oligosaccharides et les oses libérés, et de solubiliser partiellement la lignine. Cependant, elles ne peuvent pas dépolymériser les pectines [12].

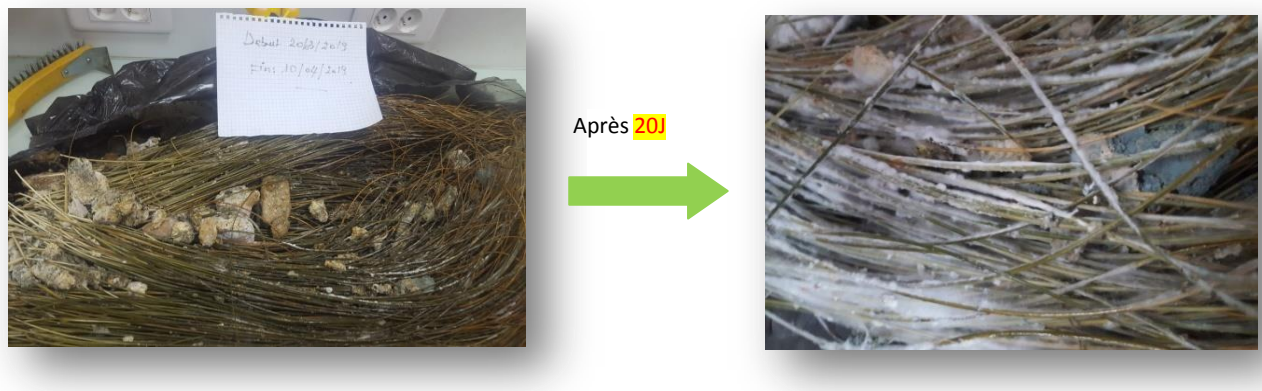


Figure II.4.3.c. Extraction enzymatique (Etat des tiges après 20 jours) [16]

II.2 Matériaux et essais de traction

II.2.1 Fibres Alfa

Au cours de la période d'avril à mai 2017, des fibres d'Alfa ont été collectées dans la région de Djelfa (zone semi-aride du centre de l'Algérie) sous forme de touffe d'une longueur de 55 à 65 cm (Fig.II.1.a et b). Pour sécher convenablement, les touffes ont été stockées dans une pièce à l'air ambiant. Principalement, la poussière, les racines ou toutes autres impuretés sont éliminées. Après cela, les fibres ont été traitées thermochimiquement pendant 90 minutes dans une solution aqueuse de NaOH (15 g / L) à 130 ° C. Après traitement, les fibres sont immergées dans du vinaigre pendant quelques minutes pour éliminer l'effet agressif du NaOH (neutralisation). Après cela, les tiges Alfa sont mécaniquement brossées avec une brosse métallique. Pour minimiser la rupture des fibres, la brosse est déplacée dans le sens longitudinal. On obtient des fibres longues plus fines que les tiges et moins rigides avec des proportions importantes de cellulose. La densité moyenne des fibres Alfa a été déterminée en utilisant un pycnomètre à hélium (1,52 g / cm³) et en pesant et en mesurant les diamètres des fibres (0,91 g / cm³). La densité apparente donnée par les diamètres de pesée et de mesure des

fibres est inférieure à la densité réelle mesurée par Pycnomètre qui considère la porosité à l'intérieur des fibres.

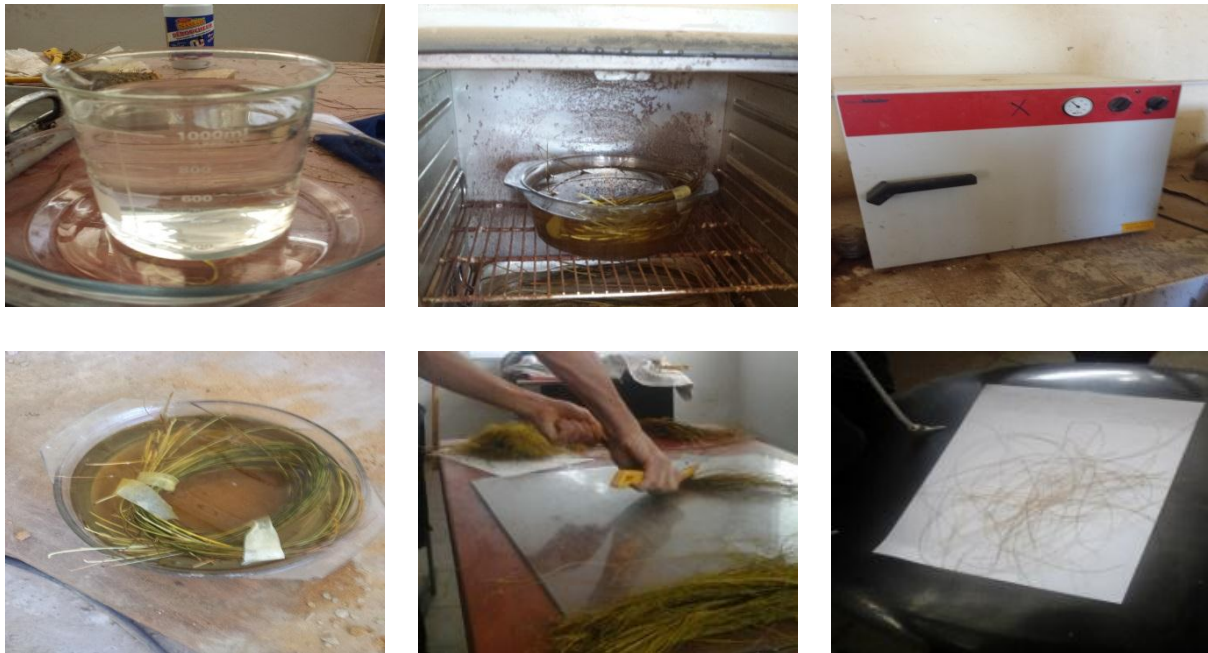


Figure II.5.a : Les étapes du Traitement thermochimique d'Alfa

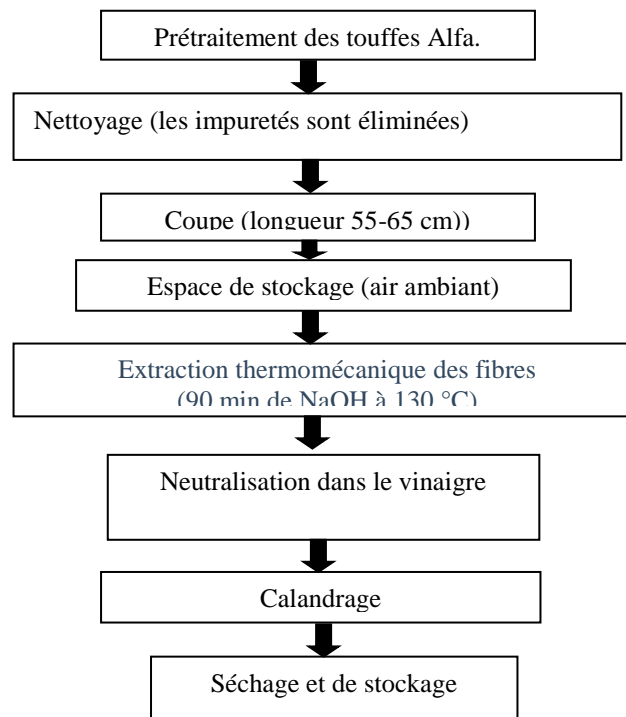


Figure II.6.b Procédure d'extraction des fibres Alfa.

En utilisant une machine d'essai universelle MTS avec cellule de pesée de 0,5 kN, les propriétés mécaniques des fibres ont été déterminées selon le processus ASTM D 3822-01. Un cadre avec du papier a été utilisé pour conserver les fibres simples et assurer l'alignement. Les essais de traction ont été réalisés à une vitesse constante de 1 mm / min. La figure II.2 montre les courbes contrainte-déformation pour 15 fibres testées avec une longueur de jauge de 35 mm. Un comportement fragile caractérisé par une variation quasi-linéaire de la contrainte en fonction de la déformation, où une valeur maximale correspondant à une rupture catastrophique, est observée pour toutes les courbes. Une dispersion considérable est observée, en raison de variations et d'irrégularités dans les caractéristiques géométriques de la fibre Alfa, telles que le diamètre et la section transversale de la fibre, et de multiples dommages des fibres. Le module d'Young moyen est égal à $15,6 \pm 6,08$ GPa, où les valeurs maximales pour quelques échantillons sont d'environ 25 GPa. La déformation et la résistance à la traction moyennes sont respectivement de 2,69% (moyenne = 1,3%, écart-type = 0,86%) et 304,5 MPa (moyenne = 158,7 MPa, écart-type = 87,8 MPa).

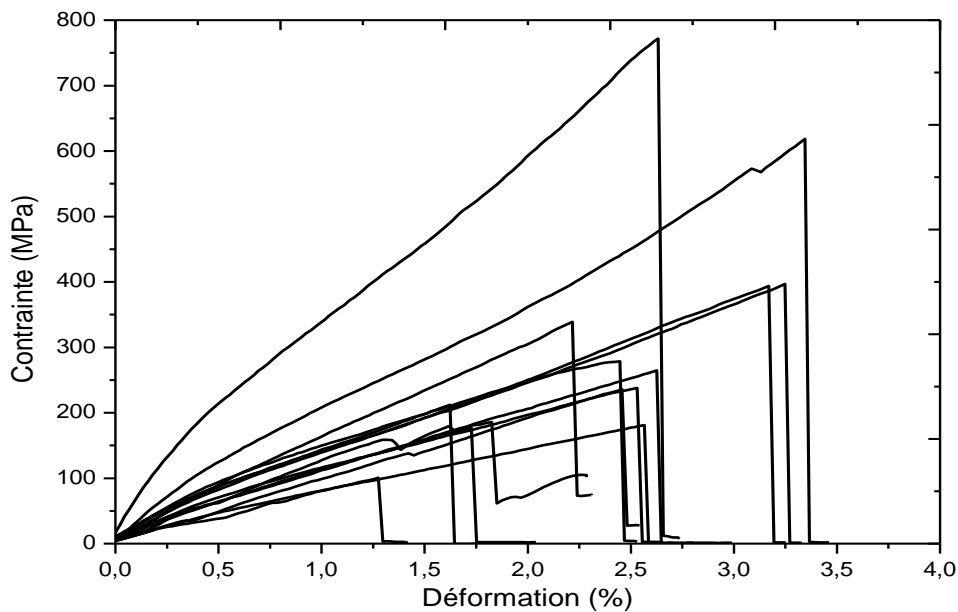


Figure. II.7 Courbes contrainte-déformation des fibres longues Alfa traitées thermochimiquement pendant 90 min.

II.2.2 Résine epoxy

La résine utilisée pour fabriquer les panneaux composites est commercialisée sous le nom de Medapoxy STR par la société Granitex (située à Oued Smar, Algérie). Il est obtenu en mélangeant de la résine époxy avec un durcisseur adéquat dans un rapport de 2: 1. La polymérisation des échantillons a pu se produire à température ambiante pendant 10 jours. Pour obtenir une résistance mécanique et une stabilité maximales, les échantillons ont été soumis à un traitement de post-durcissement pendant 8 h à 80 ° C. La densité de la résine, telle que spécifiée par les fabricants, était de $(1,2 \pm 0,004) \text{ g / cm}^3$. À l'aide d'un rhéomètre Kinetech, nous avons mesuré la température de transition vitreuse (T_g) de la résine et la cinétique de réticulation (Fig.II.3). Dans cet essai, l'éprouvette est soumise à un cycle alternatif de torsion / relaxation dans un four avec un chauffage progressif jusqu'à la température de 180 ° C. Les couples résistifs instantanés et relâchés transmis par l'éprouvette sont mesurés tout au long de l'essai à chaque échelon de température. La zone de température de transition est caractérisée par un changement brusque de couple, et commence à environ 64 ° C et se termine à 86 ° C. La T_g moyenne est calculée par les méthodes de croisement de la tangente et est égale à $T_g = 71 \text{ ° C}$.

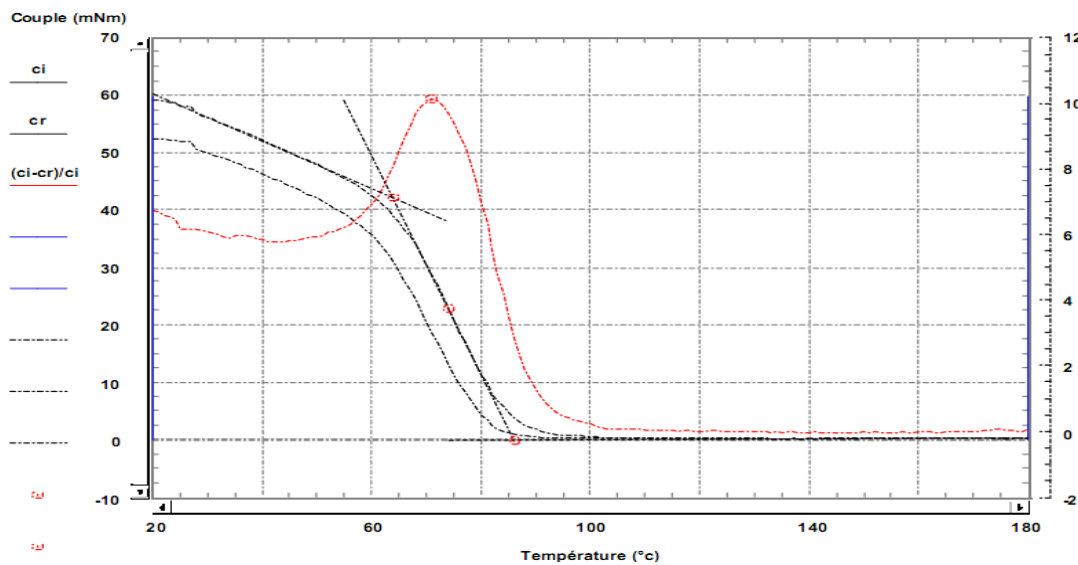


Figure II.8 Mesure de la résine T_g obtenue par la variation du couple avec la température du rhéomètre Kinetech.

Cinq éprouvettes en époxy pur sont moulées selon la norme ISO527-2 5 (FigII4 a et b). Le comportement mécanique de la matrice époxy est déterminé à l'aide d'essais de traction classiques (Fig.II.4.c), avec une machine d'essai universelle MTS avec cellule de charge de 5

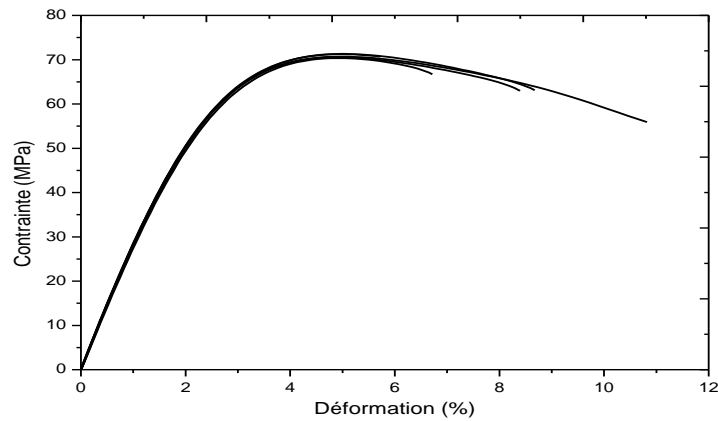
kN avec une vitesse de traverse de 1 mm / min. La déformation dans la longueur de jauge de l'éprouvette est mesurée avec un extensomètre d'une longueur de 50,00 mm. Tout d'abord, un comportement linéaire est observé pour les petites charges. Par la suite, il devient non linéaire jusqu'à la rupture. La dispersion observée sur les déformations et contraintes à la rupture est liée à la présence de défauts internes plus ou moins critiques. Les propriétés élastiques ont été mesurées sur la partie linéaire de chaque courbe contrainte / déformation par interpolation linéaire entre 0 et 1% de déformation (Fig.II.4). Les valeurs moyennes du module de Young, de la contrainte et de la déformation à la rupture sont respectivement de $2,92 \pm 0,005$ GPa, $70,8 \pm 0,43$ MPa et $8,09 \pm 1,93$ (%).



(a) le moule



(b) éprouvettes en résine époxy



(c)

Figure II.9 Essai de traction monotone de la résine époxy.

II.2.3 Essai de traction des éprouvettes

Pour établir les essais de traction, des moules en aluminium ont été fabriqués selon les dimensions des éprouvettes des bancs d'essai SM1006. Par la suite, un groupe de sept fibres avec une disposition approximativement hexagonale a été placé dans le moule (Fig.II.5.a). Étant donné que les fibres Alfa sont flexibles avec une grande variation de diamètre et de longueur, il est très difficile de les aligner correctement. De plus, l'espacement entre les fibres (w_{ij}) est aléatoire. Pour surmonter cette difficulté, techniquement, nous avons utilisé des broches pour maintenir les fibres aux deux extrémités (Fig.II.5.a). Ensuite, la résine a été coulée dans le moule. Pour créer une fibre cassée, nous coupons avec des ciseaux, l'une des fibres au milieu (visuellement la fibre centrale). Les broches sont retirées après polymérisation des échantillons.

Des tests de traction monotone sur un échantillon composite ont été réalisés en utilisant le même protocole que pour les échantillons d'époxy pur. Afin de tester l'effet de la perte de rigidité composite provoquée par la rupture des fibres disposées selon une cellule hexagonale compacte (sept fibres), nous avons réalisé une pré-cassure progressive des fibres au niveau des éprouvettes médianes. Les fibres supportant l'essentiel de la rigidité composite unidirectionnelle, les fibres de pré-rupture ont été progressivement augmentées de 0 à 3 fibres afin de quantifier leur étendue sur la loi globale de comportement composite. Visuellement, il apparaît que la fraction de fibres est assez faible dans tout le composite, mais dans un essai de traction les contraintes sont principalement concentrées au niveau de la section centrale dans laquelle on a une concentration de fibres importante qui est proche de 10%. En raison de l'irrégularité des diamètres et de la disposition et de l'alignement aléatoires des fibres dans la matrice, les résultats décrivant la loi de comportement du composite partiellement bio-sourcé représentent une grande dispersion. Pour cette raison, chaque test a été répété presque cinq fois pour avoir une idée plus claire d'une loi de comportement plus réaliste.

Dans les quatre cas étudiés (6 fibres intactes, 1 fibre cassée, 2 fibres cassées et 3 fibres cassées), seules les valeurs représentatives ont été présentées sur la figure II.6 avec des moyennes et écarts types respectifs. D'après cette figure, il est clair que lorsque toutes les fibres sont intactes, la contrainte axiale sera uniformément répartie jusqu'au 1% de déformation. Par conséquent, le comportement est presque quasi-linéaire avec une résistance maximale à la traction à 32,6 MPa (moyenne = 18,79 MPa, SD = 9,42 MPa).

Lorsqu'une fibre est cassée, un réarrangement micromécanique des contraintes de fibre résultant du partage de charge des fibres est généré à proximité de la zone de fracture. Dans cette zone, la concentration de contrainte est transférée à travers la matrice vers les fibres intactes. Ce phénomène engendre une modification de la loi de comportement qui devient de plus en plus non linéaire avec l'augmentation du nombre de fibres cassées. Cette loi de comportement, proche de celle de la résine pure, montre une réduction significative de la résistance à la traction pour 3 fibres cassées (23,4 MPa, Moyenne = 13,61 MPa, SD = 6,51 MPa).

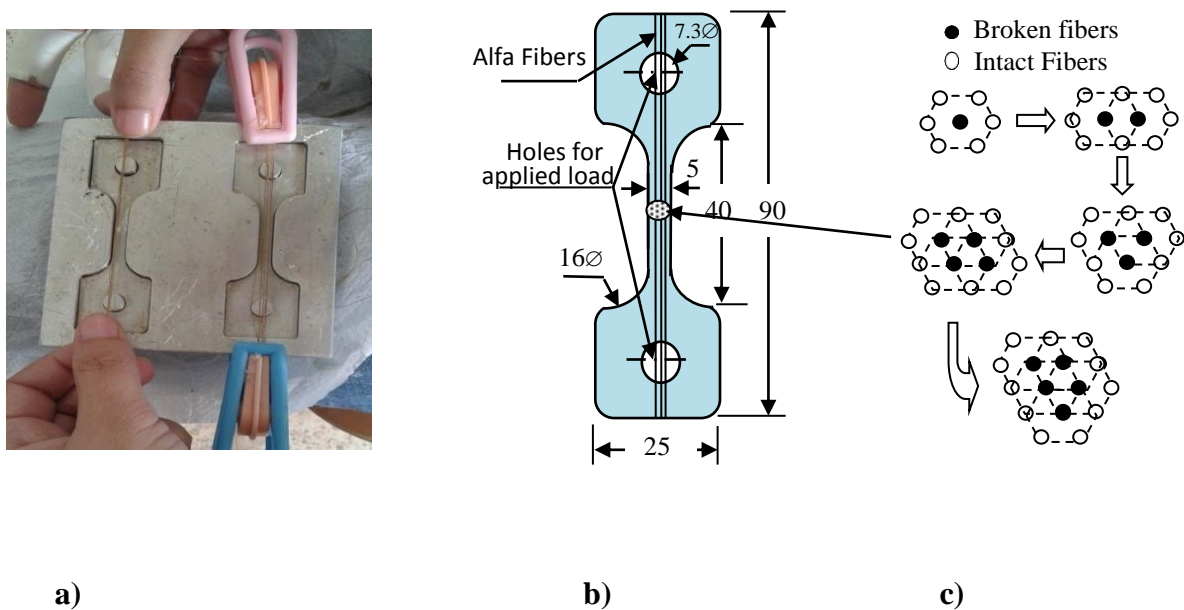


Figure II.10 Moulage des éprouvettes de traction, a) moulage, b) Dimensions du démoulage, c) Scénario de succession de fibres cassées

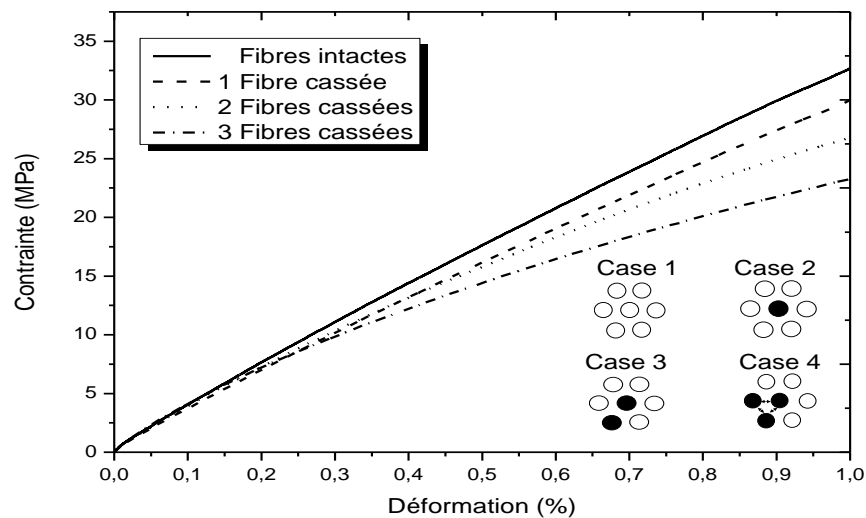
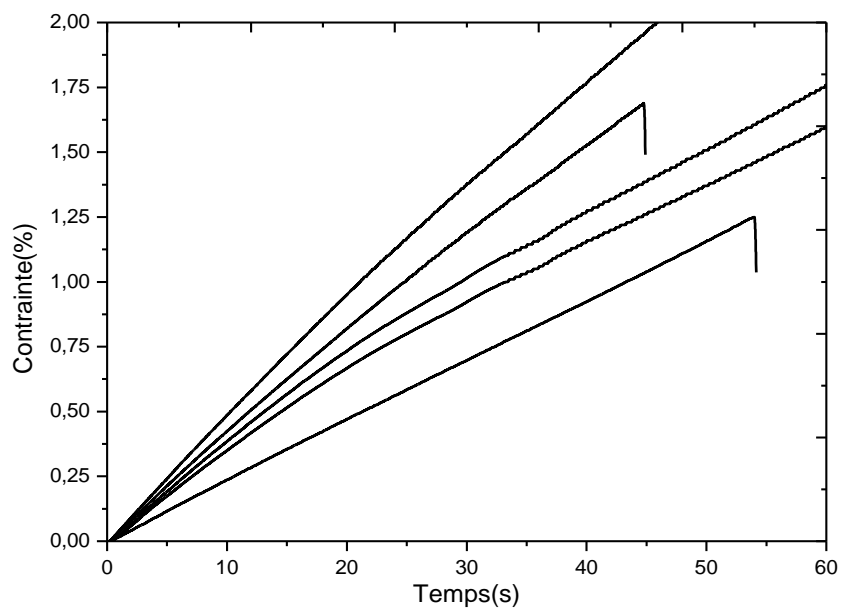
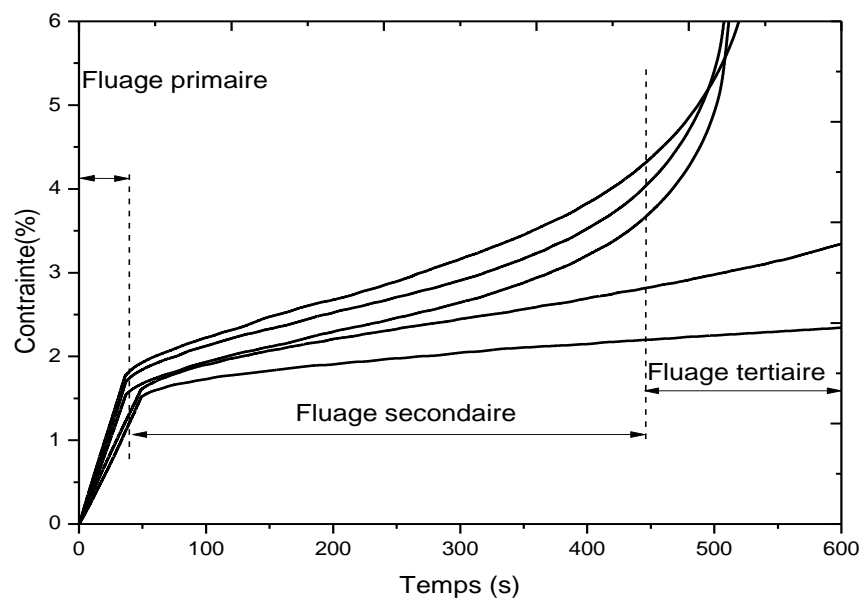


Figure II.11 Essai de traction sur éprouvettes avec groupe de sept fibres intactes et partiellement cassées.

La figure. II.12 montre l'évolution de la déformation pour les cinq échantillons testés en temps rapide (1 mm / min) et d'autres en temps lent (10 fois plus long). La figure II.12.a représente une évolution de la déformation pendant 60 secondes. Il est clair qu'initialement toutes les courbes caractérisent une déformation linéaire élastique interprétée par un fluage primaire. Par la suite, il est ajouté une déformation différée, interprétée par la partie non linéaire clairement visible à la fin du test. Cette déformation signifiait l'apparition d'un fluage secondaire. Pour mieux visualiser les trois étapes de fluage, nous avons mis en place des essais de traction sur cinq éprouvettes pour un temps d'essai relativement lent (10 fois plus lent). A partir de la Fig.II.12.b, on peut distinguer trois stades de fluage, définis par l'évolution de la vitesse de la déformation. Au début d'un fluage primaire, caractérisé par un ralentissement de la vitesse de déformation ($t < 60s$). Par la suite, un fluage secondaire relativement long ($60s < t < 450s$), caractérisé par une vitesse de déformation lente (presque constante) qui correspond également à la vitesse minimale de déformation de fluage. C'est l'étape la plus importante car elle s'établit rapidement et s'étend sur une période relativement longue.



a) vitesse rapide



b) vitesse lente.

Figure.II.12. Evolution de la déformation des éprouvettes testées avec deux fibres cassées en fonction de la vitesse de déformation

II. 3 Conclusion

Les propriétés des fibres varient toujours selon le procédé d'extraction employé. Il est à noter qu'à travers notre recherche, il nous été permis de conclure qu'avant toute utilisation de la fibre, il est nécessairement obligatoire de procéder à une extraction.

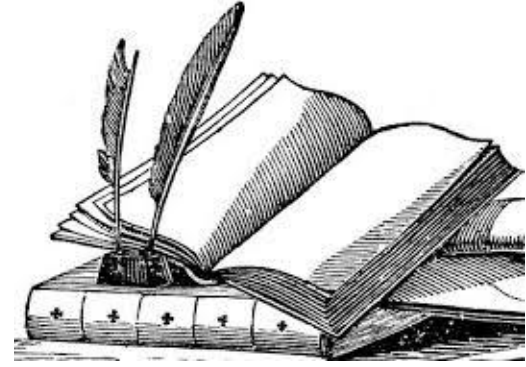
A ce stade de cette recherche, on a observé que lorsque toutes les fibres sont intactes, la contrainte axiale sera uniformément répartie jusqu'au 1% de déformation. Nous avons également constaté que Lorsqu'une fibre est cassée dans un échantillon, un réarrangement micromécanique des contraintes de fibre résultant du partage de charge des fibres est généré à proximité de la zone de fracture. Dans cette zone, la concentration de contrainte est transférée à travers la matrice vers les fibres intactes et que notre matériau a en fait un comportement viscoélastique qui mérite d'être rigoureusement étudié dans les sections suivantes.

II.3 Références

- [1] BOURAHILI. M. E. H, Caractérisation d'un composite verre / époxy, Thèse de doctorat, Option : Optique et mécanique de précision, Université Ferhat Abbas, Setif 1, 2014.
- [2] Susheel . K , ' Lignocellulosic Composite Materials'; livre, Éd : Springer; 1st ed. 2018
- [3] Bouzouita S. Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel, Thèse de doctorat, Spécialité Génie Des Matériaux, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir; Tunisie. 2011.
- [4] Zakikhani P, Zahari R, Sultan M, Majid D. Bamboo fibre extraction and its reinforced polymer composite material. *Int J Chem, Mater Sci Eng* 2014;8:54-7.
- [5] Msahli S, Chaabouni Y, Sakli F, Drean J. Mechanical behavior of Agave Americana L. Fibres: Correlation between fine structure and mechanical properties. *Applied Sci* 2007.
- [6] Das P, Nag D, Debnath S, Nayak L. Machinery for extraction and traditional spinning of plant fibres. *Indian Journal of Traditional Knowledge* ,2010.
- [7] Msahli S, Sakli F, Drean J-Y. Study of textile potential of fibres extracted from Tunisian Agave Americana L. *AUTEX Research Journal* 2006.
- [8] Do Thi VV. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Thèse de doctorat, Matériaux Polymères et Composites. Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, France ; 2011.

- [9] Mohamed .D. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Autre. Université de Haute Alsace - Mulhouse, 2012. France.
- [10] Zhou. F., Cheng. G. et Jiang. B. Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers, *Applied Surface Science*, Volume 292, 15 February 2014, Pages 806-812
- [11] Allaby.R.G. Peterson.G.W. Merriwether. D.A. and Fu. Y.B , Evidence of the domestication history of flax (*Linum usitatissimum L.*) from genetic diversity of the sad2 locus , *Theoretical and Applied Genetics*, Vol 112, no 1, pp. 58- 65 (Décembre 2005),
- [12] Msahli .S, Etude du potentiel textile des fibres d'Agave Americana L., Thèse de doctorat en Sciences de l'ingénieur, Université de Haute Alsace (Juillet 2002)
- [13] THI Vi. D, Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Thèse de Doctorat, Université de Grenoble et Université des sciences de Hochiminh Ville (Juillet 2011)
- [14] Jacquet. N., Vanderghem. C., C.Blecker and M.Paquot , La steam explosion: Application en tant que prétraitement de la matière lignocellulosique , *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, Vol 14(S2), pp.561-566 (2010)
- [15] Meirhaeghe .C. Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France, Etude réalisée pour le compte de l'ADEME par Fibres Recherche Développement (Mars 2011)
- [16] KHIRI .A & BOUCHIBA. M, Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques, Mémoire de master II Genie Mécanique, Université Mohamed Boudiaf Msila. Algérie. 2018/2019

CHAPITRE III



Analyse photoélastique du fluage d'un bio composites à fibres cassées

III.1 Introduction

La photoélasticité est une méthode expérimentale qui permet de visualiser les contraintes existant à l'intérieur d'un solide grâce à sa photoélasticité [1]. C'est une méthode principalement optique se basant sur la biréfringence acquise par les matériaux soumis à des contraintes. On l'utilise souvent dans les cas où les méthodes mathématiques et informatiques deviennent trop lourdes à mettre en œuvre [2]. L'analyse photoélastique est largement utilisée pour les problèmes dans lesquels des informations de contrainte ou de déformation sont requises pour des régions étendues de la structure. Il fournit des preuves quantitatives de les zones et les pics de contraintes à la surface et à l'intérieur de la structure - et souvent tout aussi important, il discerne les zones de faible niveau de contrainte où le matériau structurel est utilisé de manière inefficace [3].

Ce chapitre est destiné à introduire les concepts de base — à mettre l'accent sur les éléments fondamentaux de la méthode photoélastique. Les détails concernant les caractéristiques de matériaux photoélastiques spécifiques - leur formulation, propriétés optiques et mécaniques, techniques d'usinage, etc. - et les détails impliqués dans l'utilisation d'instruments auxiliaires spécialisés et les accessoires ne sont pas inclus. Bien que de telles informations soient d'une importance vitale pour l'étudiant en photoélasticité, elles deviennent rapidement obsolètes et sont mieux diffusées par les articles techniques actuels. et la documentation actuelle des fabricants [4]. Par la suite, on a étudié les performances d'interface dans le modèle composite à fibres Alfa sous chargement de traction au moyen de la technique de la photoélasticité. Les champs de contrainte ont été affichés et analysés par polariscope. Finalement, on a calculé les contraintes de cisaillement interfaciales à différentes charges à l'aide d'un fond noir polariscope circulaire.

III.2 Disposition du polariscope

Pour les essais statiques, la photoélasticité est une technique expérimentale non destructive très efficace pour l'analyse des contraintes surfacique dans des structures de géométrie et de conditions limites complexes ou près de singularités (fissure, entaille, défaut ou extrémité libre). Le problème est de mesurer la déformation dans un matériau élastique et transparent sous charge statique. L'observation des franges est interprétée par une double réfraction de la lumière polarisée par une substance transparente. La photoélasticité est également étendue aux applications dynamiques (fluage, choc, vibration) par une adaptation des appareils de mesure. Pour enregistrer le champ de contraintes dynamiques, il est essentiel d'assurer une

synchronisation adéquate entre l'évolution de la déformation au cours du test et l'évolution de l'ordre des franges [5]

L'originalité du travail proposé est de suivre l'évolution de l'ordre des franges lors des essais de fluage d'un composite Alfa/époxy unidirectionnel avec des fibres disposées en de multiples cellules hexagonales dont certaines sont cassées. Techniquement, le problème est très délicat, car il s'agit d'insérer un banc de test de fluage (Figure.III.1.a) entre les deux polariseurs d'un banc de test de photoélasticité (Figure.III.1.b). L'ensemble doit être équipé d'une caméra numérique pour filmer les séquences tout au long du test et d'un comparateur numérique pour mesurer le déplacement. Pour atteindre cet objectif, nous avons réalisé le banc d'essai de fluage selon les moyens disponibles au laboratoire car les bancs d'essai disponibles ne correspondent pas géométriquement aux dimensions du polariscope. Les échantillons sont attachés aux deux bords. Par une poutre mobile avec un trou tous les 10 mm, les poids sont fixés par un crochet au bord de la poutre pour donner une charge constante. Le fluage (déplacement) est mesuré à l'aide d'un comparateur numérique placé en haut du faisceau. Grâce à cette installation, nous avons pu effectuer des tests de fluage à long terme (mois ou années) avec très peu d'effort.

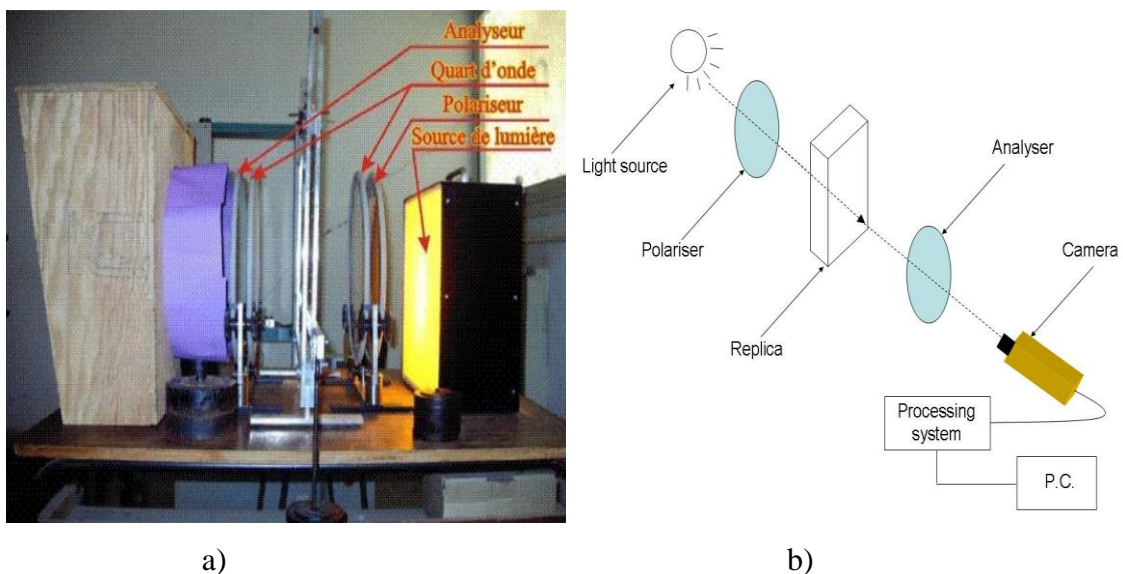


Figure.III.1 Dispositif optique pour un test de fluage, a) Schéma du dispositif optique en transmission polariscope circulaire FL-200, b) le plan du champ de photo-élasticité.

Une autre difficulté s'ajoute au problème. Cette difficulté est liée au caractère anisotrope des composites et de l'interface fibre / matrice qui représentent, mécaniquement et optiquement, un réel obstacle. De plus, la sensibilité photoélastique est particulièrement contraignante dans la mesure où des données sur les ordres de franges sont nécessaires sur un grand nombre de points entourant la zone de fibre cassée. Selon la photoélasticité, l'équation mathématique d'une frange isochromatique est donnée:

$$\tau_{\max} = \frac{f_{\sigma} N}{2t} \quad (\text{III.1})$$

où N, t et f_{σ} sont respectivement, l'ordre des franges, l'épaisseur des éprouvettes et la constante de franges de contrainte de la résine. Pour une résine pure $f_{\sigma} = 20,24$ MPa/frange / mm [7, 8].

Pour prédire la contrainte de cisaillement interfaciale le long de la direction des fibres, τ_{xy} peut être calculée pour un angle isoclinique (θ) par:

$$\tau_{xy} = \tau_{\max} \sin(2\theta) \quad (\text{III.2})$$

III.3. Resultats de fluage

Le comportement au fluage uniaxial à long terme des échantillons avec sept fibres intactes et partiellement cassées pour une charge constante $\sigma_0 = 8$ MPa est représenté par la figure. III. 9. Ce modèle est constitué par un composite unidirectionnel avec une cellule hexagonale de sept fibres partiellement cassées. Nous pouvons clairement voir que la déformation d'un composite unidirectionnel avec toutes les fibres intactes est très faible. Après 30 heures, il ne dépasse pas 2,65%. Avec l'augmentation du nombre de fibres cassées, cette contrainte devient de plus en plus importante. Pour 3 fibres cassées, elle atteint près de 10%. Dans ce cas, un fluage tertiaire est rapidement atteint. Certains échantillons se cassent même avant 24 heures. On peut donc dire que les fibres ont un effet significatif sur le comportement au fluage des échantillons.

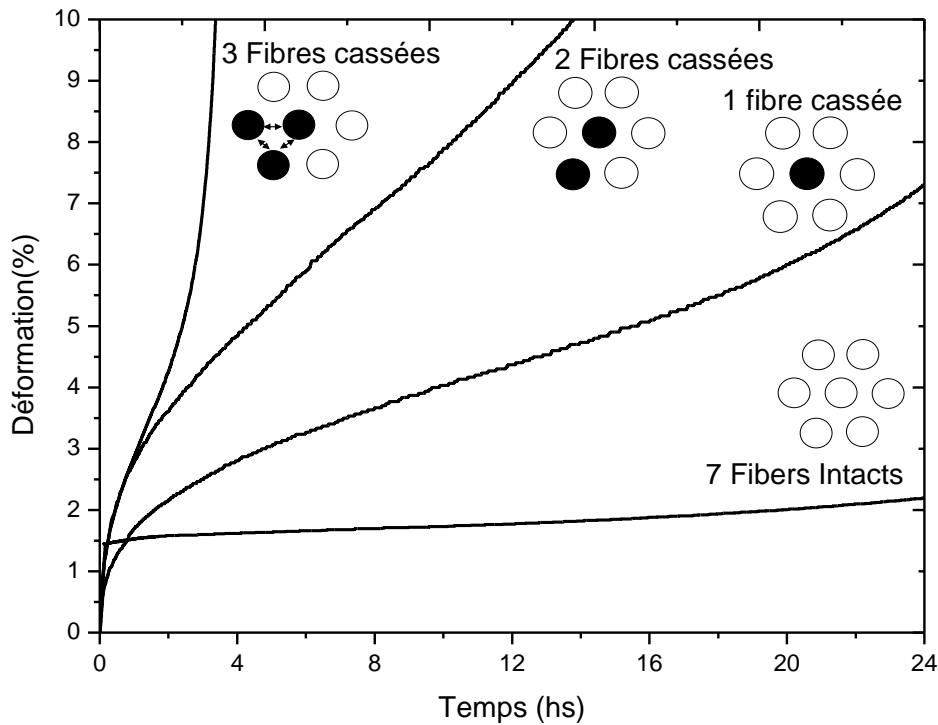


Figure.III.2 Comportement au fluage à long terme des échantillons avec sept fibres intactes et partiellement cassées pour une charge constante $\sigma_0 = 8\text{MPa}$.

Pour observer seulement le comportement de fluage primaire et secondaire, le nombre de fibres est augmenté dans la cellule (10 fibres) et le niveau de charge a été réduit ($3\text{MPa} \leq \sigma_0 \leq 6,0\text{MPa}$). La réponse au fluage d'un échantillon unidirectionnel avec une cellule de 10 fibres dont une cassée est représentée sur la figure III.3. Cette réponse est donnée pour trois niveaux différents de charge appliquée pendant 100 jours. Comme nous n'avons qu'un seul banc d'essai de fluage, les tests nous ont pris beaucoup de temps pour obtenir ces résultats. Pour toutes les courbes, la réponse au fluage est non linéaire pour les temps courts. Après cela, des valeurs asymptotiques sont observées, sauf pour la charge élevée (6 MPa) où le comportement non linéaire est assez prolongé. De plus, la réponse au fluage devient plus grande avec l'augmentation de cette charge. Afin de caractériser le comportement rhéologique des échantillons étudiés, les résultats de fluage ont été ajustés au modèle de Burgers modifié à cinq éléments (Eq.III.3). Ce modèle est composé d'éléments Maxwell et Kelvin connectés en série. Pour obtenir une meilleure représentation des données, dans le modèle Burgers, deux éléments Kelvin ont été inclus. Par conséquent, le modèle Burgers modifié a été décrit comme suit:

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E_0} + \frac{\sigma_0}{E_1} \left(1 - e^{-\frac{E_1 t}{\eta_1}} \right) + \frac{\sigma_0}{E_2} \left(1 - e^{-\frac{E_2 t}{\eta_2}} \right) + \frac{\sigma_0}{\eta_0} t \quad (\text{III.3})$$

Où E_0 , E_1 et E_2 sont le module d'Young, η_0 , η_1 et η_2 sont des coefficients visqueux.

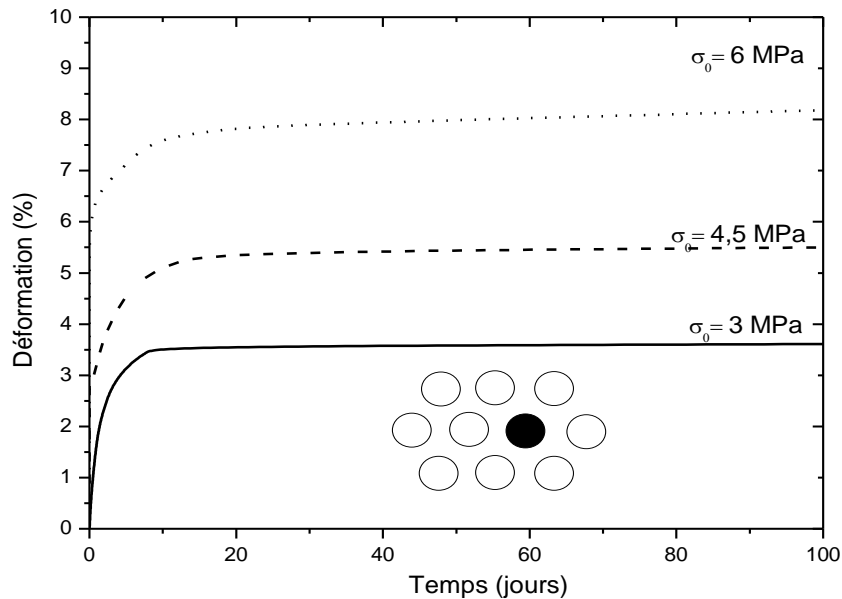


Figure.III.3 Comportement au fluage à long terme des éprouvettes avec 10 fibres dont une cassée pour différentes charges

Sur la figure III.4, nous avons comparé la réponse au fluage d'un échantillon unidirectionnel avec une cellule de 10 fibres dont une et deux fibres cassées sous la même charge (6 MPa). Il est évident que l'augmentation du nombre de fibres cassées pour une même cellule active le processus d'endommagement lors du test de fluage. Par conséquent, la déformation devient plus importante et la rupture de la cellule est observée pendant un temps relativement court.

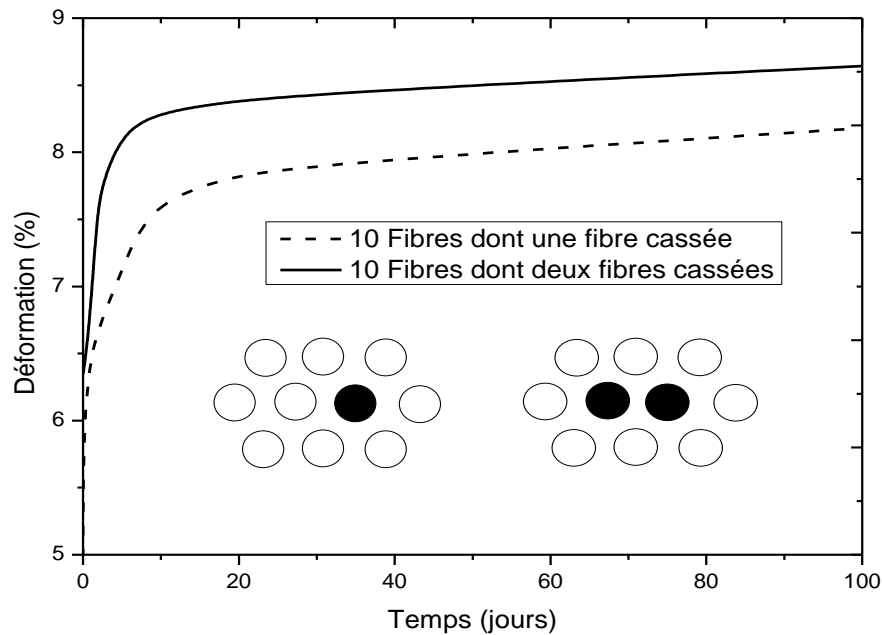


Fig.III.4 Comportement au fluage à long terme des éprouvettes avec 10 fibres dont une et deux fibres cassées pour une charge constante $\sigma_0 = 6\text{MPa}$.

La fonction de conformité au fluage est obtenue par $J(t) = \varepsilon(t)/\sigma_0$, où $\varepsilon(t)$ est la déformation normale et σ_0 est la contrainte normale constante appliquée. Les paramètres d'ajustement sont affichés dans le tableau III.1. Pour estimer la différence entre les données expérimentales et la courbe d'ajustement, il vaut mieux donner l'erreur relative, qui est définie comme.

Tableau III.1 Paramètres ajustés par fluage des grappes à dix fibres

Paramètres	E0(MPa)	E1(MPa)	E2(MPa)	η_0	η_1	η_2	R-Square
$\sigma_0=3.0\text{ MPa}$ Une fibre cassée	198.93	1.163	3.126	0.0037	2.904	1.025	0.9993
$\sigma_0=4.5\text{ MPa}$ Une fibre cassée	10.069	1.738	1.923	0.0179	6.916	2.61E-4	0.9961
$\sigma_0=6.0\text{ MPa}$ 1 fibre cassée	44.378	1.022	3.259	0.0383	0.004	18.231	0.9972
$\sigma_0=6.0\text{ MPa}$ 2 fibres cassées	0.9591	5.7224	5.7224	0.0220	12.617	12.604	0.9641

III.4 Observations photoélastiques

En raison de la nature complexe du composite renforcé de fibres Alfa, la réponse en fonction du temps est considérablement plus compliquée. L'instant auquel les fractures des fibres se sont produites et leurs emplacements doivent être pris en compte pour calculer les contraintes des fibres à n'importe quelle position et à tout moment. Pour cela, il est nécessaire de développer des modèles micromécaniques complexes afin d'étudier la concentration des contraintes à proximité des micro fissures en fonction de la dépendance temporelle à l'aide du partage de charge. Mais pour surmonter cette difficulté, la photoélasticité est plus appropriée pour observer l'évolution de la résistance interfaciale maximale au cisaillement et la répartition des contraintes lors du test de fluage. En observant les contours de l'ordre des franges, il est également possible d'analyser in-situ du décollement à l'interface fibre-matrice des échantillons comprenant des fibres cassées. Afin d'observer les diagrammes de contour et les franges dans les éprouvettes et de quantifier la distribution précise de la contrainte de cisaillement pendant l'essai de fluage, les fig.III.5 et 6 sont tracées. Les deux Figures montrent les contours de franges dans des échantillons avec 10 fibres disposées dans une cellule hexagonale comprenant deux fibres cassées. Les images ont été capturées par un appareil photo numérique. Les motifs de franges obtenus sont utilisés pour compter les ordres de franges N dans toute la surface de l'éprouvette et spécialement près du fond de fissure, car nous avons deux zones d'évolution de l'ordre des franges. La première zone est située à la section réduite (près des épaules) mais la seconde est située au centre de l'échantillon (près des fibres cassées).

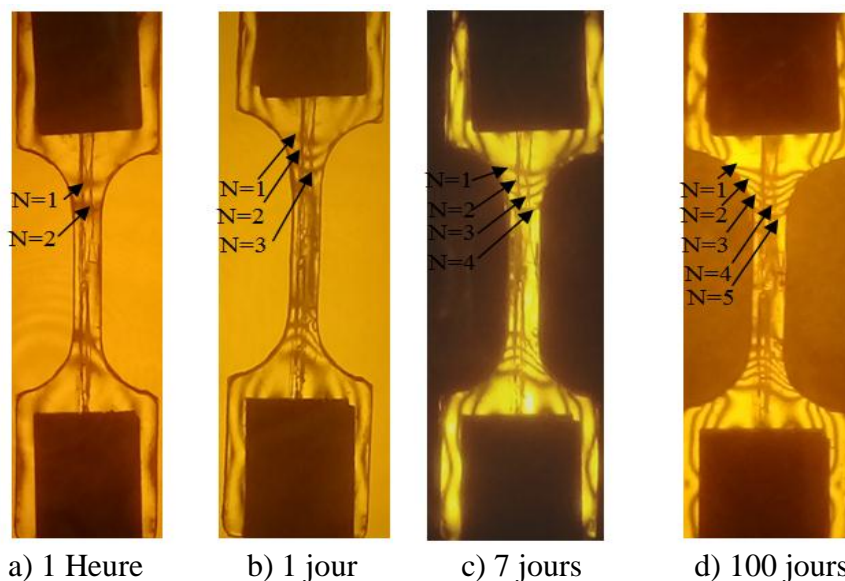


Figure.III.5 Contours de franges isochromatiques pendant la réponse en fonction du temps pour une charge appliquée $\sigma_0 = 5$ MPa.

Au niveau de la section réduite (Figure.III.5), l'ordre des franges N augmente avec le temps, indiquant une augmentation de la concentration de contraintes dans cette région. Lors des tests, nous avons enregistré l'ordre des franges en fonction du temps. Le tableau III.2 montre la contrainte de cisaillement τ correspondante de chaque ordre de frange N pendant le test de fluage. Malgré l'ordre élevé des franges et la réduction significative de la section, nous n'avons pas de rupture dans cette région, car la présence des fibres longues intactes améliore la résistance au cisaillement de l'échantillon. A l'instant $t = 100$ jours (Figure.III.5.d), une concentration de contraintes avec un léger rétrécissement de la coupe est clairement observée sans rupture au milieu de l'échantillon; exactement près de la fibre cassée.

Tableau III.2 Contrainte de cisaillement τ de chaque ordre de franges N pendant l'essai de fluage.

1 Heure	1 jour	7 jours	100 jours
$\tau_1=2.59\text{MPa}$	$\tau_1=2.59\text{MPa}$	$\tau_1=2.59\text{MPa}$	$\tau_1=2.59\text{MPa}$
$\tau_2=5.19\text{MPa}$	$\tau_2=5.19\text{MPa}$	$\tau_2=5.19\text{MPa}$	$\tau_2=5.19\text{MPa}$
	$\tau_3=7.78\text{MPa}$	$\tau_3=7.78\text{MPa}$	$\tau_3=7.78\text{MPa}$
		$\tau_4=10.39\text{MPa}$	$\tau_4=10.39\text{MPa}$
			$\tau_5=12.97\text{MPa}$

Par une augmentation de la charge appliquée, l'essai de fluage en traction est suivi jusqu'à la rupture totale de l'échantillon. Sur la figure 6, nous avons tracé les franges isochromatiques pour différentes charges appliquées à $t = 100$ jours. Il est clair qu'un autre ordre de franges se développe vers l'extrémité des fibres cassées. L'ordre des franges le plus élevé apparaît à la fin de la rupture de fibre et s'étend le long de l'interface avec la fibre. En augmentant la charge appliquée à 8,65 MPa, les contraintes de cisaillement interfaciales présentent de multiples phénomènes au niveau de la zone fissurée. On observe un ordre de franges élevé le long de la fibre loin de la rupture de fibre. De même que les diamètres des fibres Alfa sont aléatoires, l'espacement entre les fibres n'est pas identique, de multiples fissures apparaissent dans cette région. Ces multiples fissures peuvent être classées en fissures matricielles transversales et becs de fibres. De plus, plusieurs fractures de fibres se situent à des niveaux différents, caractérisés par un ordre élevé de franges. Le fait que la valeur de la contrainte de cisaillement aux extrémités des fibres cassées diffère de celle de la résine indique qu'un détachement s'est produit à ces endroits.

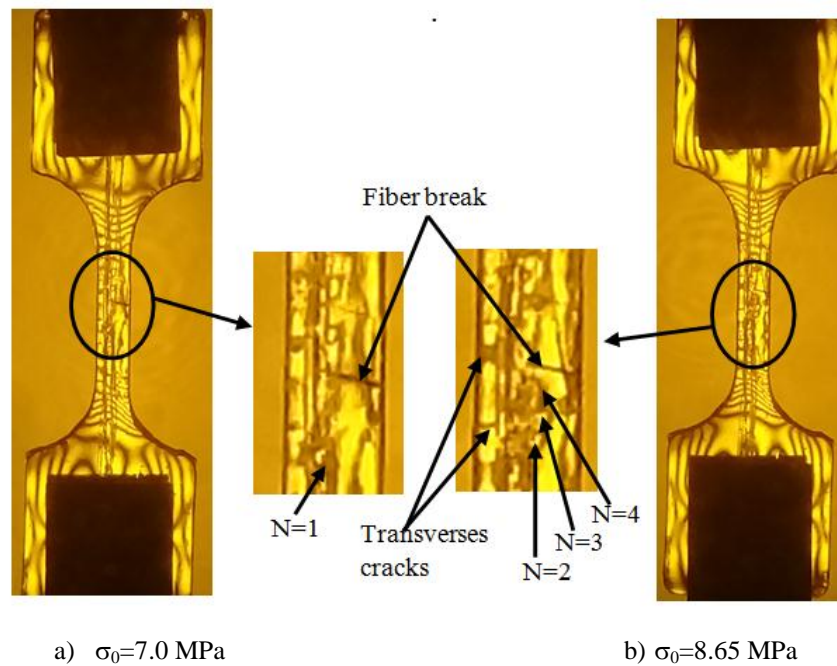


Figure.III.6 Modèles de franges isochromatiques pour différentes charges appliquées à T = 100 jours.

III.5 CONCLUSION

Les résultats montrent que les contraintes interfaciales atteignent un maximum en un point proche de l'extrémité de l'enrobé fibre et également à un emplacement proche de la section médiane. Le décollement fibre/matrice était également identifiés aux zones où les contraintes ont atteint un minimum. Sur la base des résultats actuels, la photoélasticité s'est avérée être un outil utile pour surveiller l'interface interfaciale des contraintes de cisaillement dans un système fibre/matrice Epoxy et comprendre le transfert des contraintes de la matrice à la fibre développée lors du chargement en traction.

III.6 REFERENCES

- [1] James F. Doyle, James W. Phillips, Manual on Experimental Stress Analysis, Society for Experimental Mechanics,
- [2] M. M. Frocht, Photoelasticity (New York: John Wiley and Sons, 1, 382 1941).
- [3] Post D., Photoelastic-fringe multiplication—for tenfold increase in sensitivity, Experimental Mechanics, 10(8), 305-312 (1970).

- [4] S Helaili and M Chafra « Anisotropic visco-elastic properties identification of a natural biodegradable ALFA fiber composite » *Journal of Composite Materials* published online 3 June 2013
- [5] Guedes, R.M.: Cumulative creep damage for unidirectional composites under step loading. *Mech Time-Depend Mater* (2012) 16:381–396.
- [6] Flores-Johnson.E.A., Gonzalez-Chi.P.I., Ay-Puc, LumingShen.G.I. Photoelastic Characterisation Of Interfacial Stressdistribution Of A Single Short-Fibre Model Composite Under tensile Loading , Conference on the Mechanics of Structures and Materials (ACMSM23) Byron Bay, Australia, 9-12 December 2014, S.T. Smith (Ed.).
- [7] Khiat, M.A., Sereir, Z., Chateauneuf, A.: Uncertainties of unidirectional composite strength under tensile loading and variation of environmental condition. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* (2011) Vol 56, (3), pp169-179.
- [8] Kotelnikova-Weiler, N., Baverel, O., Ducoulombier, N., Caron, J.F.: Progressive damage of a unidirectional composite with a viscoelastic matrix, observations and modelling, *Composite Structures*. 188 (2018), 297±312.

CHAPITRE IV



Modélisation numérique des éprouvettes en résine renforcées par les fibres d'Alfa

IV.1 Introduction

La modélisation numérique des structures servira à reproduire, par le calcul, le fonctionnement d'un système préalablement décrit par un ensemble de modèle de nombreux secteurs de la recherche et de l'industrie. Elle s'appuie sur des méthodes mathématiques et informatiques spécifiques. Les codes de calcul sont la traduction, à travers des algorithmes numériques, des formulations mathématiques et des modèles physiques étudiés. Pour la modélisation de ces structures, on dispose d'un certain nombre de codes tridimensionnels industriels conviviaux, parmi les logiciels industriels disponibles sur le marché, on peut citer ABAQUS, ADINA, ANSYS, ASTER, MSC/NASTRAN, SYSTUS, DYNA3D, LS-DYNA, et bien d'autres [1]. La simulation par ANSYS comprend trois caractéristiques principales: type ou nature physique, type d'analyse étudié et type du solveur.

Dans le logiciel ANSYS, différents modèles de fluage sont disponibles, bien que ces modèles de fluage, par défaut, offrent une commodité significative à l'utilisateur. Dans certains cas pratiques, les comportements de fluage des matériaux sont généralement de forme très complexe pour s'adapter aux données expérimentales [2]. Le comportement d'endommagement par fluage des métaux par rapport à la sensibilité différente du processus d'endommagement dû à la traction et à la compression incorporé dans le code d'éléments finis ANSYS est présenté par **Altenbach et al** [3]. Les résultats sont vérifiés par comparaison avec les résultats des poutres et plaques rectangulaires en flexion basées sur la méthode de Ritz. Ils ont remarqué une sensibilité des résultats à long terme en fonction de la taille d'éléments et du type d'éléments. En considérant les paramètres de fluage et d'endommagement avec le code ANSYS/Multiphysics, **Willschutz et al.** [4] ont effectué une modélisation combinée de la thermo-hydraulique et de la mécanique structurelle d'un comportement de la cuve en acier RPV par des calculs numériques avancés. Ils ont constaté que le modèle est assez sensible aux variations de la température lors de la déformation en fluage. Les premières estimations de rupture ont montré que l'un des paramètres mécaniques les plus importants du matériau à étudier à l'avenir est la déformation de rupture en fluage.

La déformation de fluage et le développement des dommages de fluage dans des matériaux initialement isotropes ont été mis en œuvre dans l'analyse par éléments finis ABAQUS en tenant compte de la traction (compression) du matériau asymétrie et symétrie (**Alexander Zolochovsky et al.** [5]). **Qiang Yu et al.** [6] ont fourni une présentation systématique et complète des ponts sous un chargement de fluage. Une nouvelle formulation de modèle de fluage dépendant de la déformation par accumulation de dommages des matériaux dans les

deux régimes de fluage (secondaire et primaire) a été proposée par **Hosseini et al. [7]**. Ce modèle présente une série d'essais sur des échantillons de type CT chargé à 550 C°. Cette analyse a montré un bon accord avec les observations expérimentales qui n'était pas réalisable en considérant les équations classiques du modèle de fluage à régime unique. En utilisant une analogie du problème viscoplastique, **Aleksandar S. et al. [8]** ont présenté un modèle numérique du processus de fluage en régime permanent. Ce modèle présente un problème réel d'un tube cylindrique avec une fissure longitudinale sollicité à une pression interne à haute température. L'objectif principal de cette étude réside dans l'estimation de sa durée de vie résiduelle. Un nouveau modèle multi-échelle combiné de déformation et de rupture de fluage a été proposé par **Eric M et al. [9]**. Les résultats de la simulation numérique ont montré que la redistribution de la charge a un effet remarquable, ce qui tend à augmenter la durée de vie des structures. De plus, le modèle peut conduire à des prévisions de défaillance plus précises et plus fiables des structures critiques à l'avenir. **Ivanco et al. [10]** ont présenté une analyse tridimensionnelle par élément fini du fluage des brins de forme spirale. Cette analyse traite les effets de cisaillement et de torsion sur l'élément de poutre isotrope linéaire et géométriquement non linéaire.

Dans le présent chapitre, le logiciel dynamique explicite ANSYS Workbench à usage général a été utilisé dans notre étude pour modéliser des éprouvettes en résines de type époxyde renforcées par des fibres d'Alfa. Ces dernières sont sollicitées à une charge constante de traction afin de voir son comportement en fluage. Donc, le présent modèle, se base sur les données expérimentales de déformation et de contrainte obtenues à partir des essais de fluage réalisés sur des spécimens à base des fibres d'Alfa (cellule de 10 fibres) et une résine de type époxyde. La réponse au fluage et le mécanisme de défaillance ont été simulés, en introduisant le critère de défaillance Tsai-Wu sous le logiciel dynamique explicite ANSYS.

IV.2 Modèle numérique

Notre choix s'est porté sur le logiciel de calcul par éléments finis Workbench, car il permis de traiter l'effet de l'endommagement des fibres d'Alfa et le comportement en fluage des composites. A cette fin, on a en premier lieu considéré un modèle avec un composite biosourcé avec dix fibres d'Alfa dont deux cassées puis 4 fibres cassées. Les fibres cassées sont modélisées par une discontinuité centrale des fibres. Une charge de traction constante ($\sigma_0 = 5 \text{ MPa}$) est appliquée à deux extrémités de l'éprouvette. Les dimensions ainsi que les conditions aux limites sont données à la figure IV.1

Pour test de fluage relativement long (100 jours), on a choisis un pas un pas de calcul d'une heure (01). Un critère Tsai-Wu a été utilisé pour suivre l'évolution de l'endommagement ainsi que la concentration des contraintes au niveau de la section réduite (près des épaules) et au centre de l'échantillon (près des fibres cassées) comme présenté la figure IV.1.

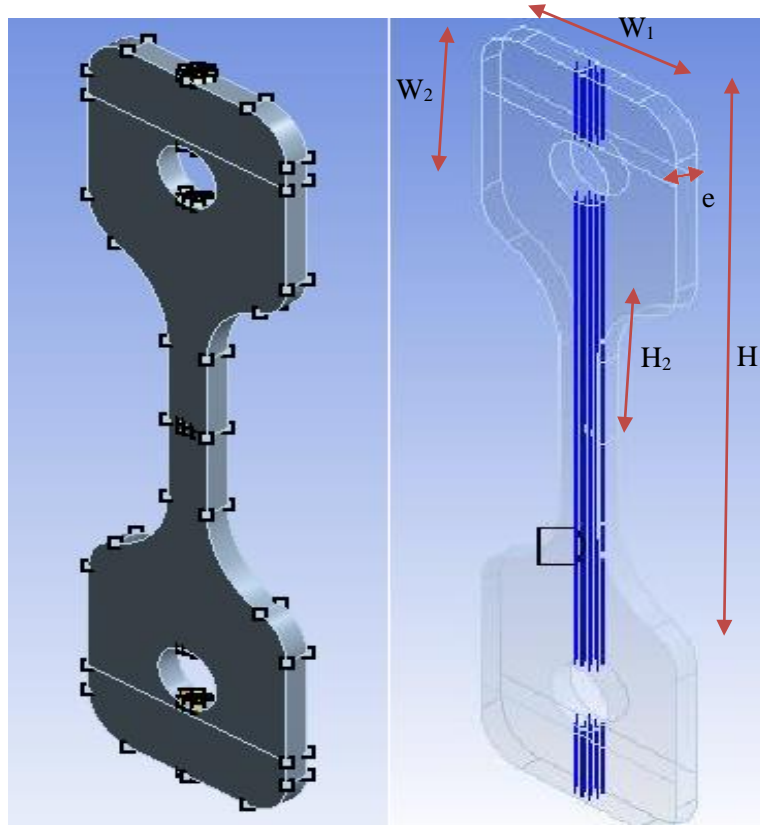


Figure IV. 1 : Modèle tridimensionnel d'une éprouvette en composite Alfa/Epoxy.

IV.3 Maillage et condition aux limites

Un maillage 3D tétraédrique à 4 nœuds a été sélectionné pour la matrice (résine). Un maillage plus fin a été imposé (taille d'élément de 1 mm). Le modèle FE, composé d'environ 18744 éléments, a été calculé sur un ordinateur multiprocesseur. Avec ce maillage, la répartition des contraintes de cisaillement et de Von Mises dans l'état de fluage prennent approximativement les mêmes allures mais les grandeurs se différent. Le calcul et l'affichage des résultats durant un pas 1h a été appliquée automatiquement.

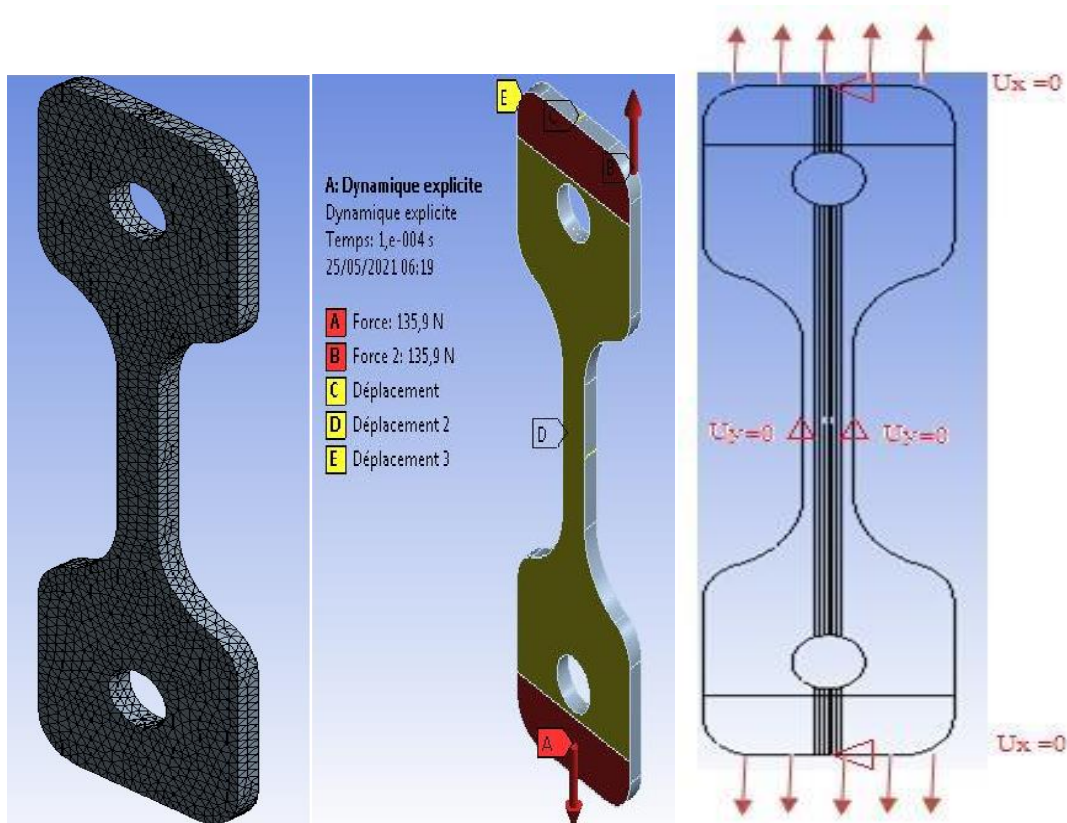
L'éprouvette est simplement appuyée sur les 4 cotés en utilisant des appuis avec les déplacements nuls dans les directions $U_y=0$ et $U_x=0$, et $U_z = 0$ à travers l'épaisseur comme représente la figure IV.2. La charge uni-axiale en traction est identiquement appliquée sur les cotés supérieures et inférieures de l'éprouvette. Les dimensions et les propriétés mécaniques de l'éprouvette sont représentées respectivement sur le tableau IV.1 et IV.2.

Tableau IV.1. Caractéristiques géométriques de l'éprouvette en composite.

H ₁ (mm)	H ₂ (mm)	w ₁ (mm)	W ₂ (mm)	e (mm)	Df (mm)	Dtr (mm)
90	40	25	25	5	0.167	7.3

Tableau IV.2. Propriétés mécaniques de la résine époxyde et les fibres d'Alfa

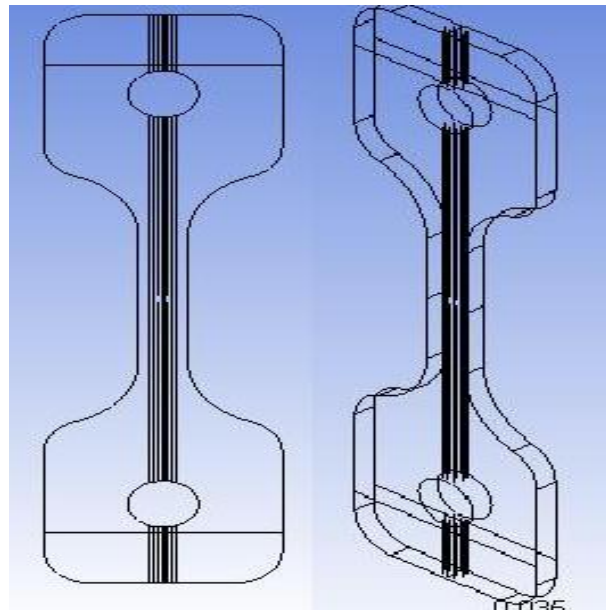
Matériaux	E ₁ (GPa)	ν ₁₂ , ν ₁₃
Résine Epoxy	2.92	0.25
Fibres d'Alfa	15.6	0.33

**Figure IV.2 :** Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette.

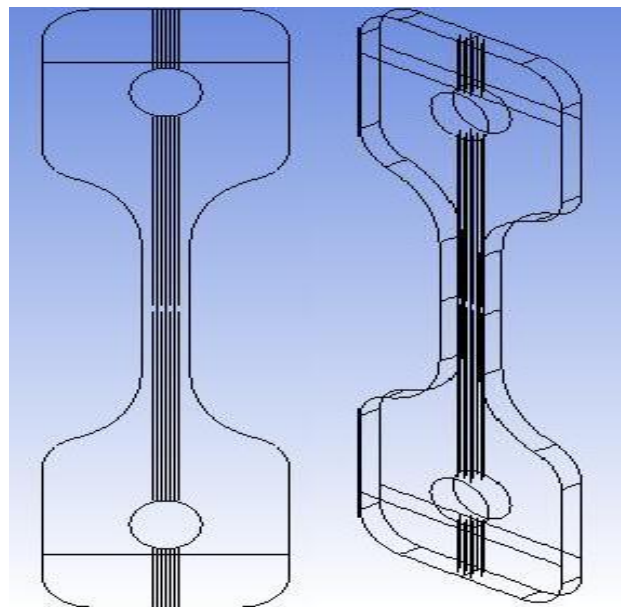
IV.4 Effet de variation le nombres de fibres cassées

Les calculs de fluage par traction ont été effectués pour des éprouvettes 10 fibres dont deux puis quatre fibres cassées (Figures IV. et IV.3). Par la suite, l'évolution de la contrainte de

cisaillement et la contrainte de Von Mises en fonction du temps sous un chargement constant de traction uni axial de $\sigma_0 = 5 \text{ MPa}$ a été donnée aux figures IV.4 et IV.5.

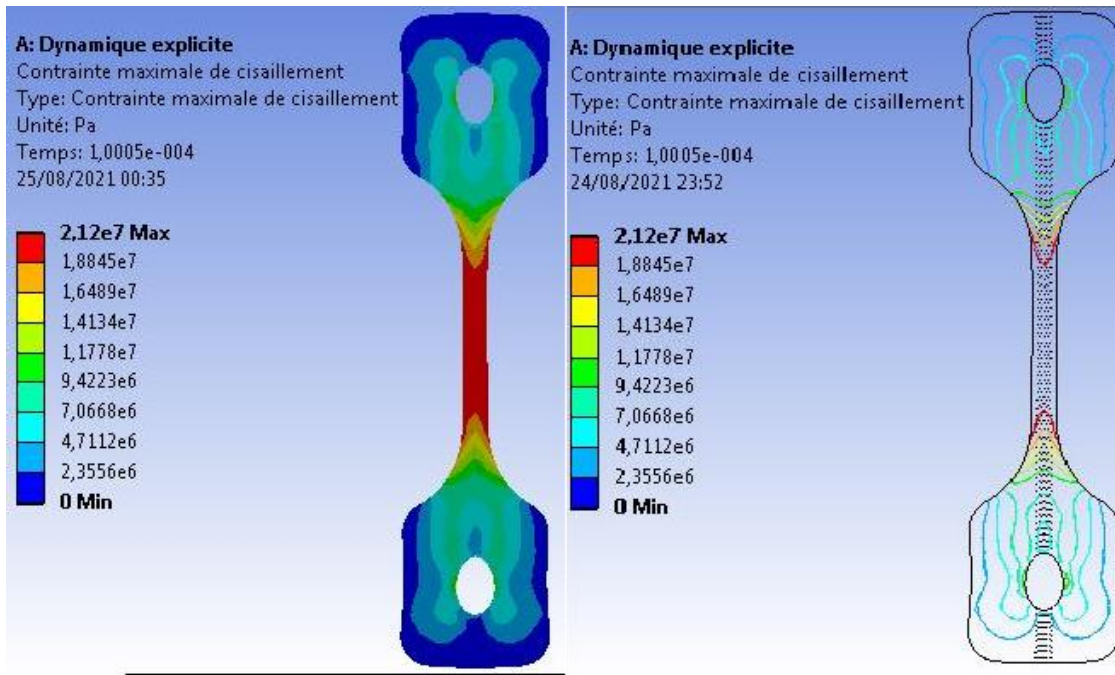


a) Eprouvette avec deux (02) fibre cassées.

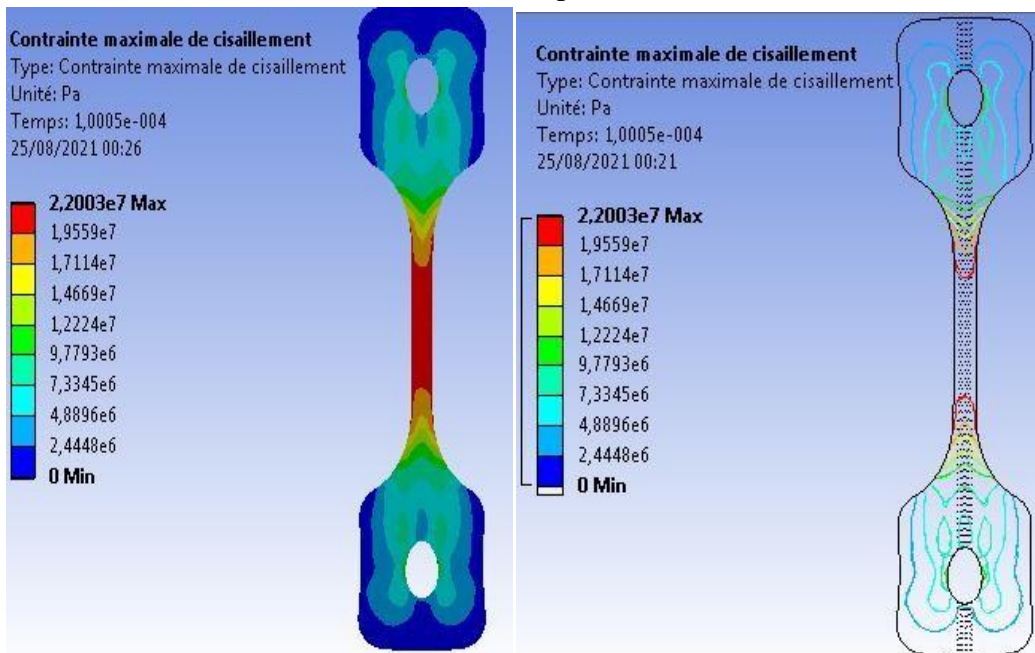


b) Eprouvette avec quatre (04) fibre cassées.

Figure IV. 3 : Modèle tridimensionnel d'une éprouvette avec a) deux et b) 4 fibres cassées.

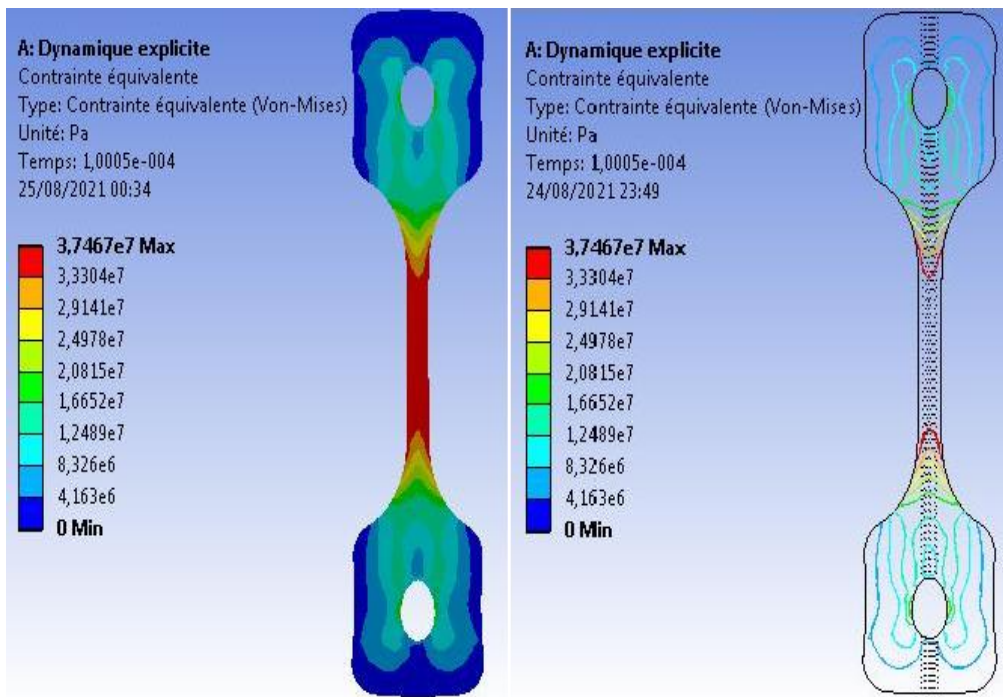


a) Contrainte de cisaillement pour 2 fibres cassées.

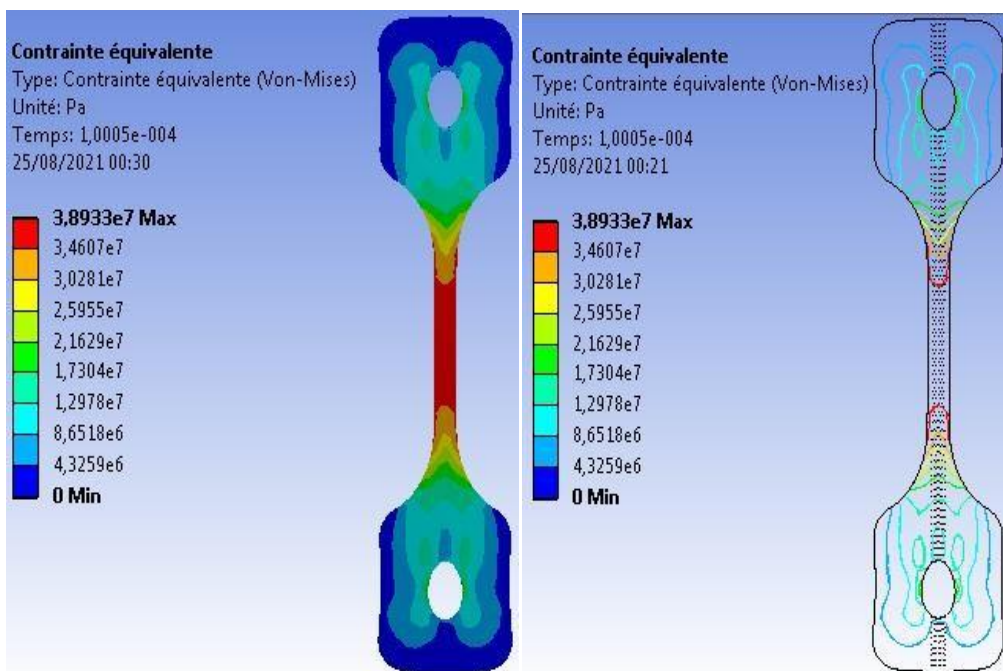


b) Contrainte de cisaillement pour 4 fibres cassées.

Figure IV.4 : Distribution de la contrainte de cisaillement pour 2 et 4 fibres cassées.



a) Contrainte équivalente de Von Mises pour 2 fibres cassées.



b) Contrainte équivalente de Von Mises pour 4 fibres cassées.

Figure IV.5 : Distribution de la contrainte équivalente de Von Mises pour 2et 4 fibres cassées.

Pour la figure IV.4, on remarque un allongement de l'éprouvette au niveau de la section effective ce qui produit une réduction de cette dernière dans le sens de chargement. On

constate aussi que la contrainte de cisaillement au fluage pour deux fibres cassées atteint environ $\tau = 21.2 \text{ MPa}$. Cette contrainte est localisée dans la section médiane au nouveau de la zone des fibres cassées. Le même phénomène a été produit pour 4 fibres cassées dans l'éprouvette avec une légère différence dans la valeur de contrainte de cisaillement de 22 MPa . La même constatation a été remarqué pour la contrainte équivalentement de Von Mises pour les deux configurations testés (figure IV.5), dont cette contrainte atteint une valeur maximale dans la même zone d'environ 37.4 MPa pour le premier cas et de 38.9 MPa . Donc, on peut dire qu'une nette proportionnalité est observée entre les contraintes et le nombres de fibres cassées constituant l'éprouvette.

IV.5 Effet De La Variation Du Temps Sur La Déformation Au Fluage

La figure IV.6 illustre une comparaison en terme de contrainte de cisaillement maximale en fonction du temps pour une charge appliquée $\sigma_0 = 5,0 \text{ MPa}$ pour une éprouvette deux fibres cassées. Dans un premier temps, une concentration de contraintes est localisée au niveau de la section réduite. Par la suite, cette concentration de contrainte sera plus grande au centre de l'échantillon (près des fibres cassées). Une similitude remarquable entre les motifs de franges isochromatiques comparativement aux essais expérimentaux présenté au chapitre III. (Voir la figure III. 5) et les isoclines représenté numériquement (Figure IV.6) est clairement visible. Afin de quantifier cette similitude, nous avons représenté les résultats numériques dans le tableau IV.3 afin de les comparer avec les résultats expérimentaux déjà donnés dans le tableau 2 du chapitre III.

Tableau IV.3 Comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques la contrainte de cisaillement τ de chaque ordre de franges N pendant les essais de fluage.

Temps	1 heure	1 jour	7 jours	100 jours
Experimental	$\tau_1=2.59 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.19 \text{ MPa}$	$\tau_1=2.59 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.19 \text{ MPa}$ $\tau_3=7.78 \text{ MPa}$	$\tau_1=2.59 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.19 \text{ MPa}$ $\tau_3=7.78 \text{ MPa}$ $\tau_4=10.39 \text{ MPa}$	$\tau_1=2.59 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.19 \text{ MPa}$ $\tau_3=7.78 \text{ MPa}$ $\tau_4=10.39 \text{ MPa}$ $\tau_5=12.97 \text{ MPa}$
Numérique	$\tau_1=2.82 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.65 \text{ MPa}$	$\tau_1=2.82 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.65 \text{ MPa}$ $\tau_3=7.58 \text{ MPa}$	$\tau_1=2.89 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.65 \text{ MPa}$ $\tau_3=7.58 \text{ MPa}$ $\tau_4=9.49 \text{ MPa}$	$\tau_1=2.89 \text{ MPa}$ $\tau_2=5.65 \text{ MPa}$ $\tau_3=7.58 \text{ MPa}$ $\tau_4=9.49 \text{ MPa}$ $\tau_5=11.31 \text{ MPa}$

Il est clair que la différence maximale ne dépasse pas 12,8%. Pour différents niveaux de contraintes appliquées, un bon accord a été obtenu entre les résultats expérimentaux

(figure III.5) et numériques (figure IV.6). Pour les contraintes appliquées élevées, les dommages sont localisés de manière intensive au niveau des fibres cassées. Enfin, la rupture totale est observée à $\sigma_0 = 8,65$ MPa pour $T = 100$ jours.

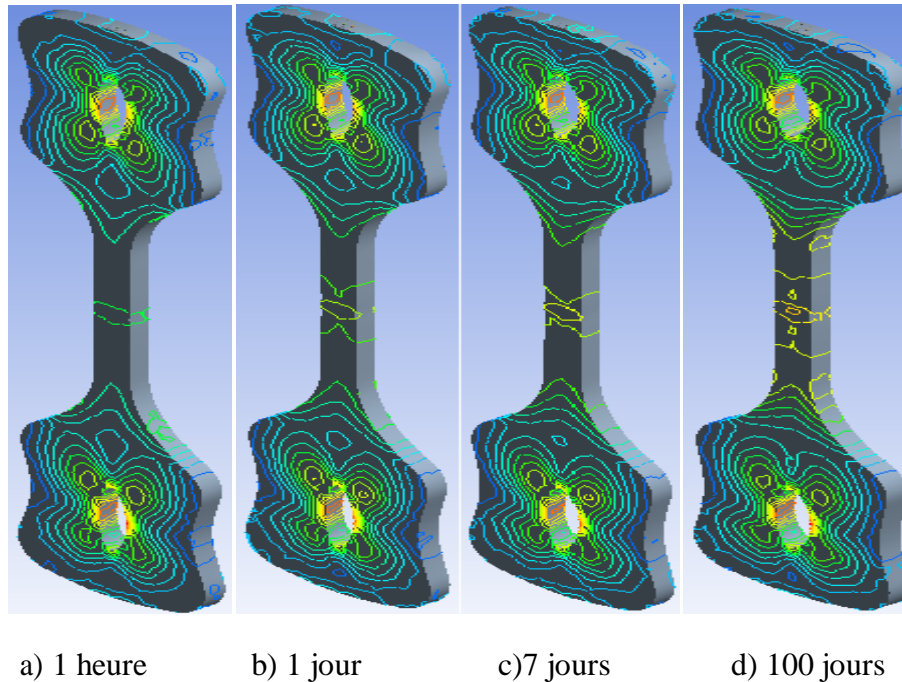


Figure IV.6 Isoclines de la contrainte de cisaillement maximale pendant la réponse en fonction du temps pour la charge appliquée $\sigma_0 = 5$ MPa.

IV.6 Effet De Variation De La Charge

Le but de cette partie est de mettre en évidence l'influence de l'intensité de la charge sur le comportement en fluage de l'éprouvette en composite avec deux fibres cassées. Cinq valeurs de la charges ont été proposées de 1MPa. à 10 MPa.

La figure IV.7 montre la distribution de la contrainte de cisaillement en fonction de la charge appliquée. Pour mieux visualiser l'effet de ce paramètre sur le comportement mécanique de cette éprouvette on a présenté la figure IV.8 qui illustre l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la charge appliquée. Il est notable que la répartition de la contrainte de cisaillement demeure la même, sauf que la valeur maximale se change en fonction de la charge appliquée.

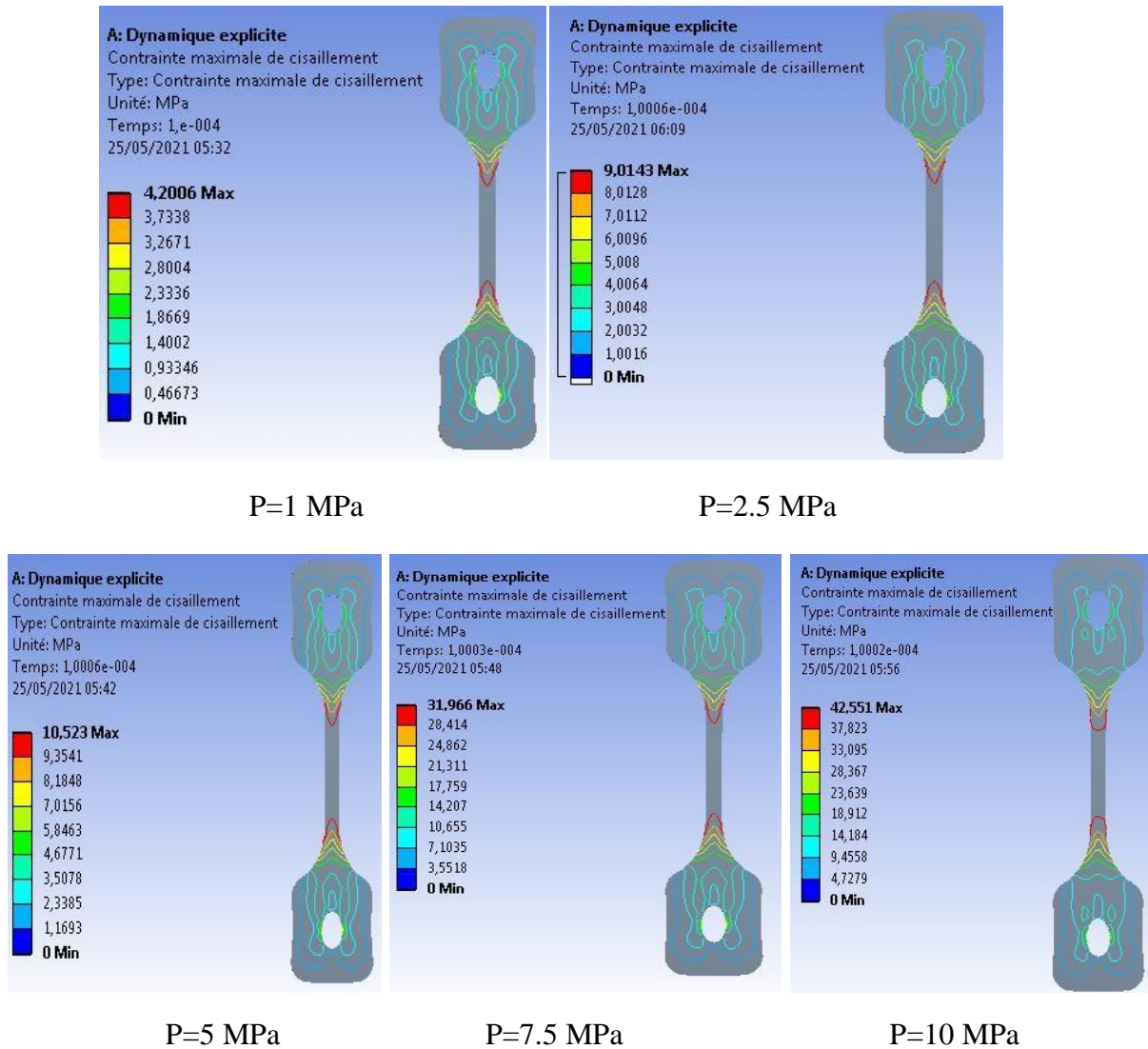


Figure IV.7 Distribution de la contrainte de cisaillement en fonction de la charge appliquée.

Afin de quantifier cette augmentation de la contrainte de cisaillement, nous avons tracé la figure IV.8 qui illustre la contrainte de cisaillement maximale en fonction de la charge appliquée. Il est nettement visible que l'augmentation de la charge augmente provoque une augmentation de la contrainte de cisaillement. Comme par exemple pour une charge de 1 MPa. la contrainte de cisaillement est de 3.37 MPa, cette contrainte a été augmentée jusqu'à la valeur maximale d'environ 42.55 MPa. Ceci exprime que le comportement en fluage de l'éprouvette est sensible à la variation de la charge appliquée.

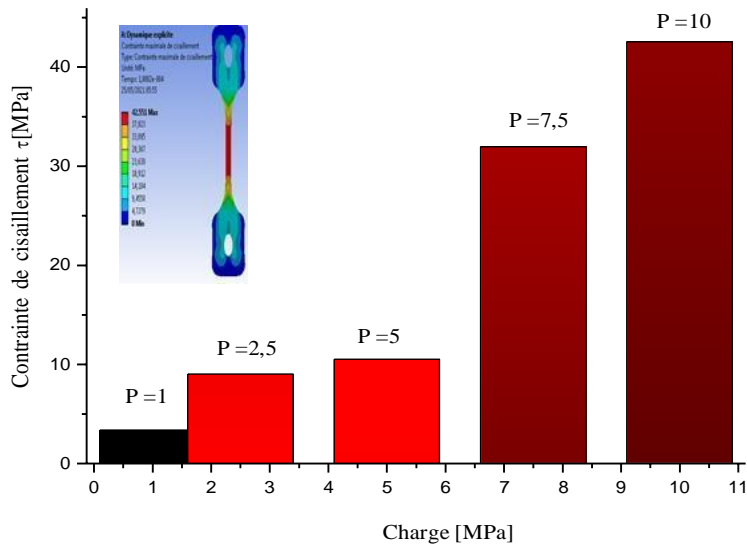


Figure IV.8 Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la charge.

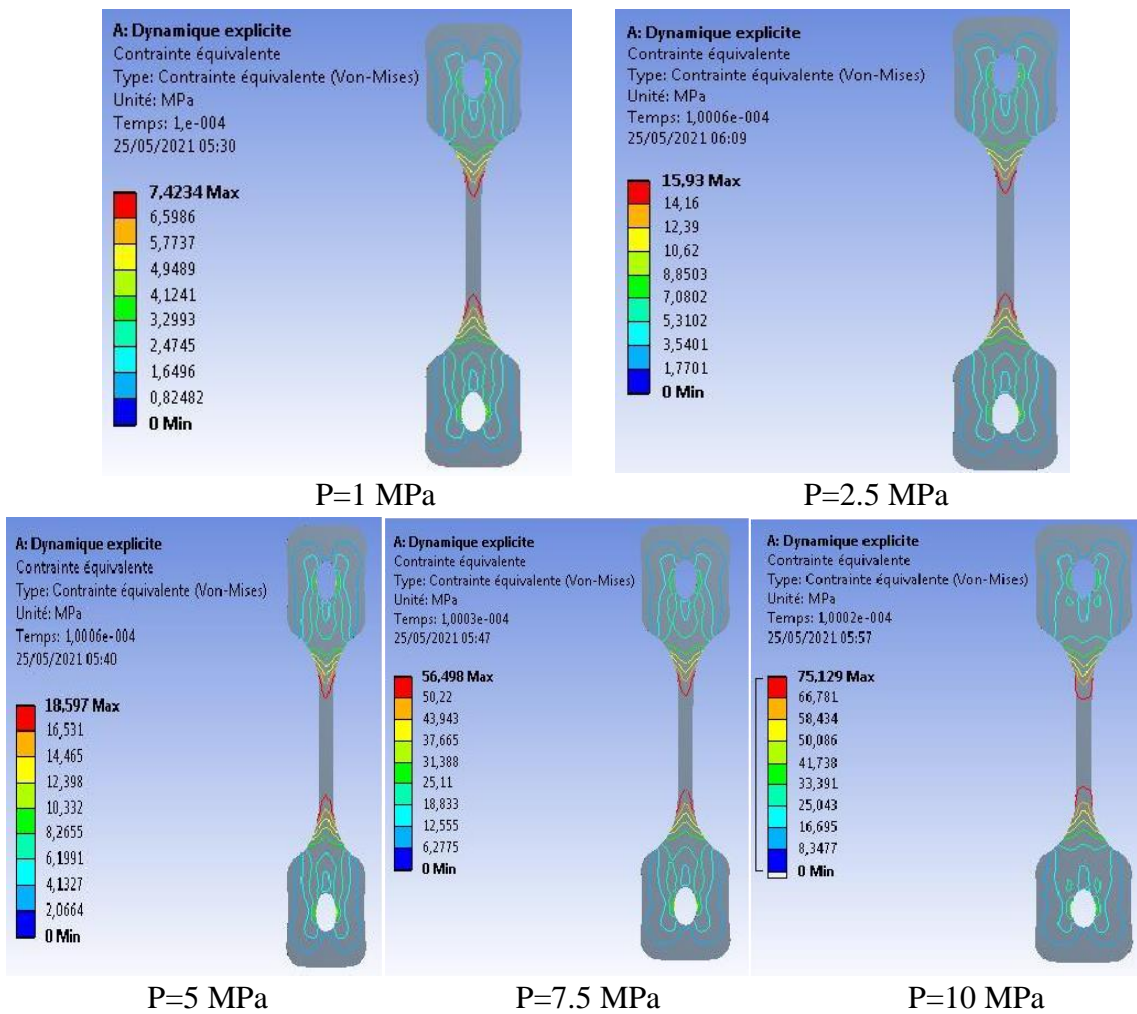


Figure IV.9 Distribution de la contrainte équivalente en fonction de la charge appliquée.

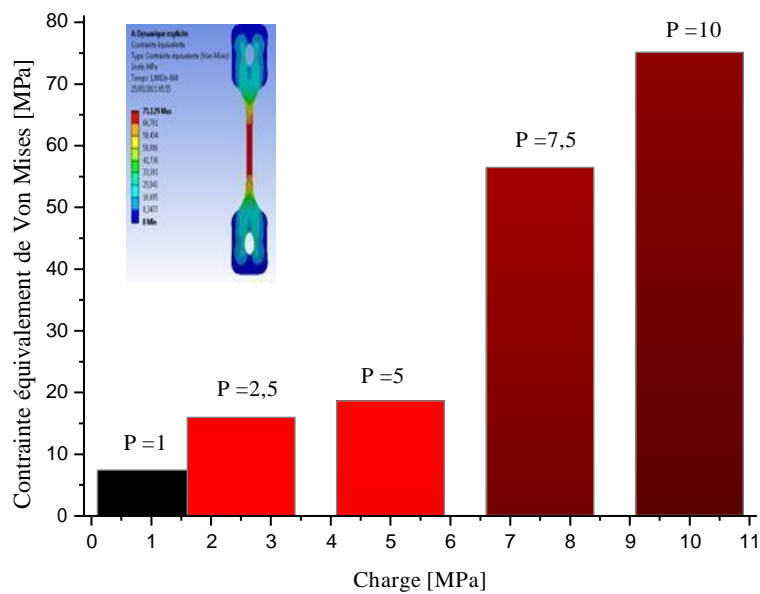


Figure IV.10 Evolution de la contrainte équivalente en fonction de la charge.

Les mêmes constatations observées sont faites pour la contrainte équivalente illustrée sur la figure IV.9 et les valeurs maximales tracées à la figure IV.10., Cette contrainte est toujours proportionnelle au chargement appliqué.

IV.7 Effet De Variation du diamètre De La Fibre

Pour avoir une idée sur l'influence de la variation du diamètre des fibres d'Alfa renforcée l'éprouvette en résine époxy sur le comportement viscoélastique, on a varié le diamètre des fibres de 0.168 mm jusqu'à 0.188 mm avec un pas de 0.01 mm comme le montre la figure IV.11. Pour mieux comprendre l'effet du diamètre sur l'évolution de contrainte de cisaillement et la contrainte équivalente de Von Mises on a présenté la figure IV.12. De cette figure, on a remarqué que l'augmentation le diamètre de la fibre réduit considérablement les deux contraintes.

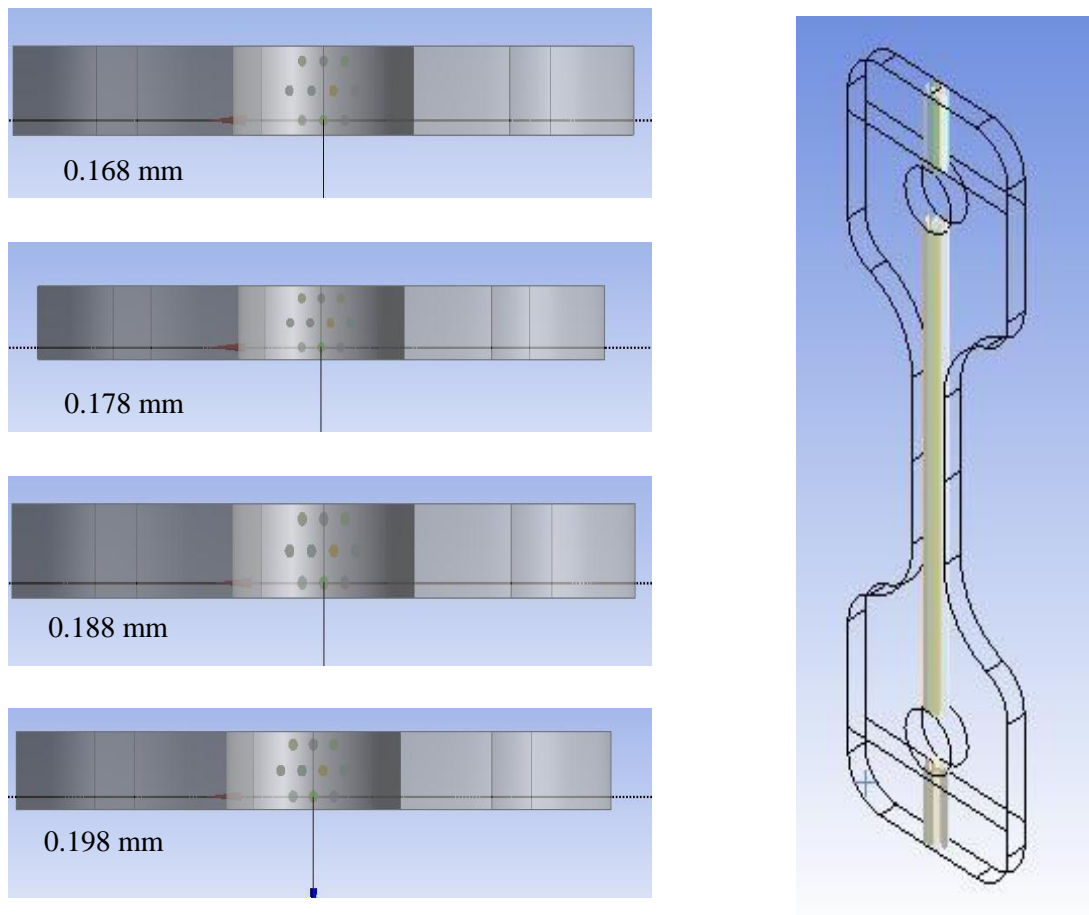


Figure IV.11 Epreuve avec différentes diamètre de fibre d'Alfa.

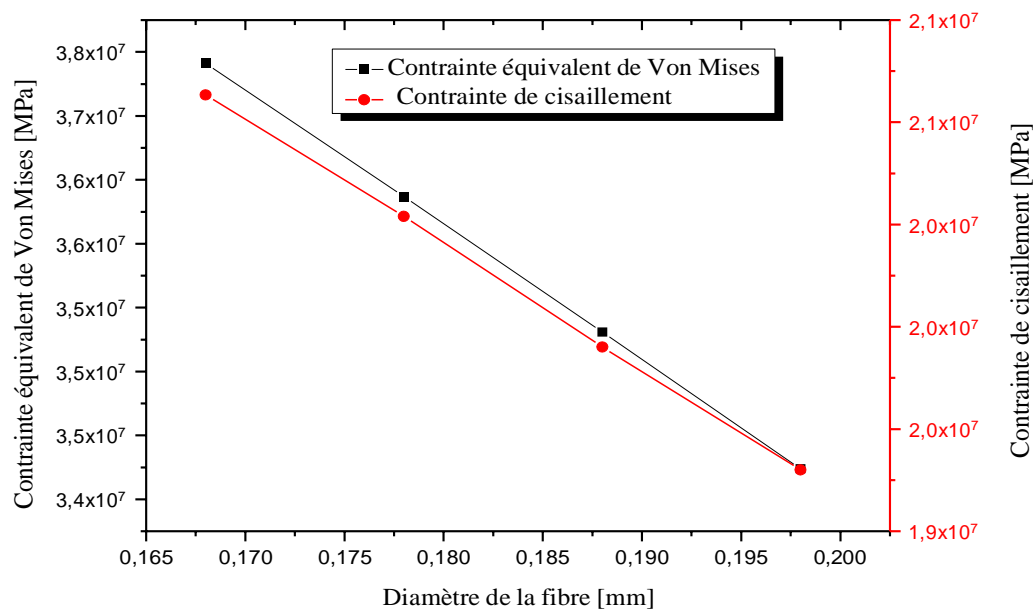


Figure IV.12 Evolution de la contrainte de cisaillement et la contrainte équivalente en fonction du diamètre.

IV.8 Effet de variation de la distance entre de Fibre

Par la présente section, on a pensé de voir l'effet de l'écartement (f) entre fibres constituant l'éprouvette sur la concentration des contraintes. Mais à cause de faible épaisseur de l'éprouvette, on a choisi seulement deux écartements $f=0.5\text{mm}$ et $f=1.32\text{mm}$ (Figure IV.13). La distribution de la contrainte de cisaillement ainsi que la contrainte équivalente en fonction de l'écartement entre fibres sont montrées à la figure IV.14. De cette figure, on remarque qu'une légère variation des contraintes en fonction de l'écartement entre fibres qui est presque négligeable.

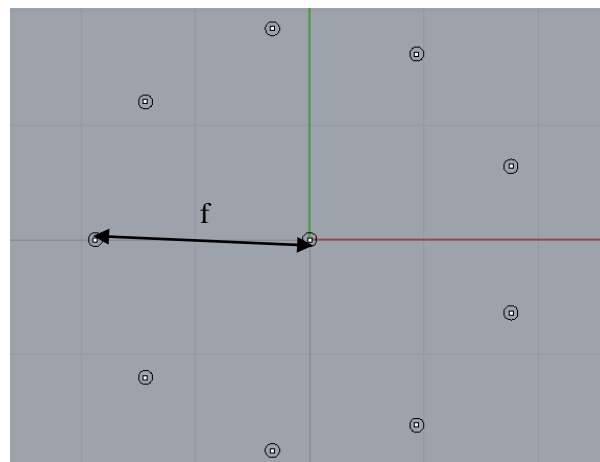
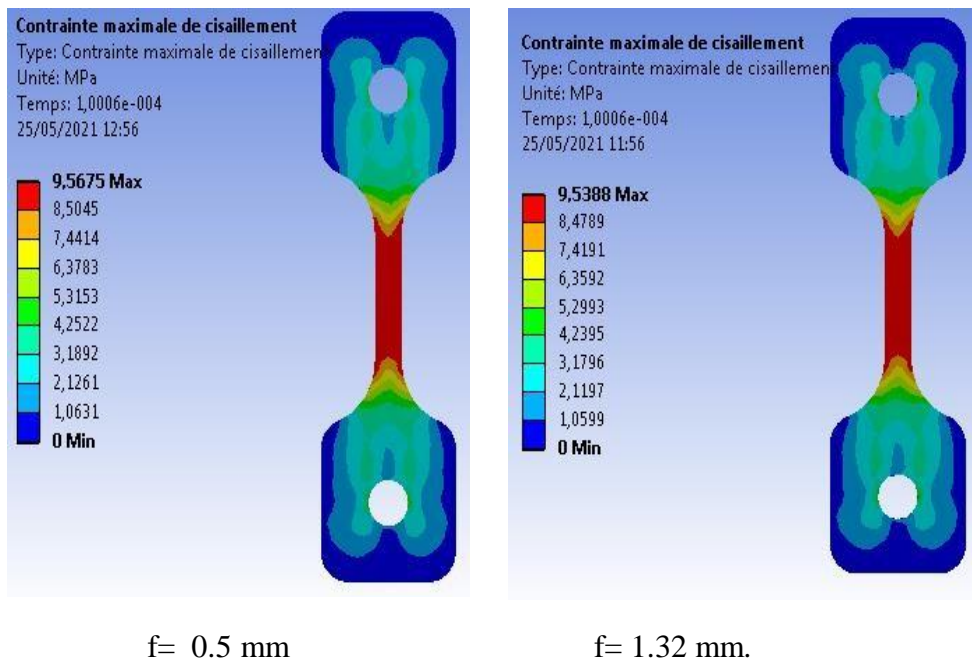
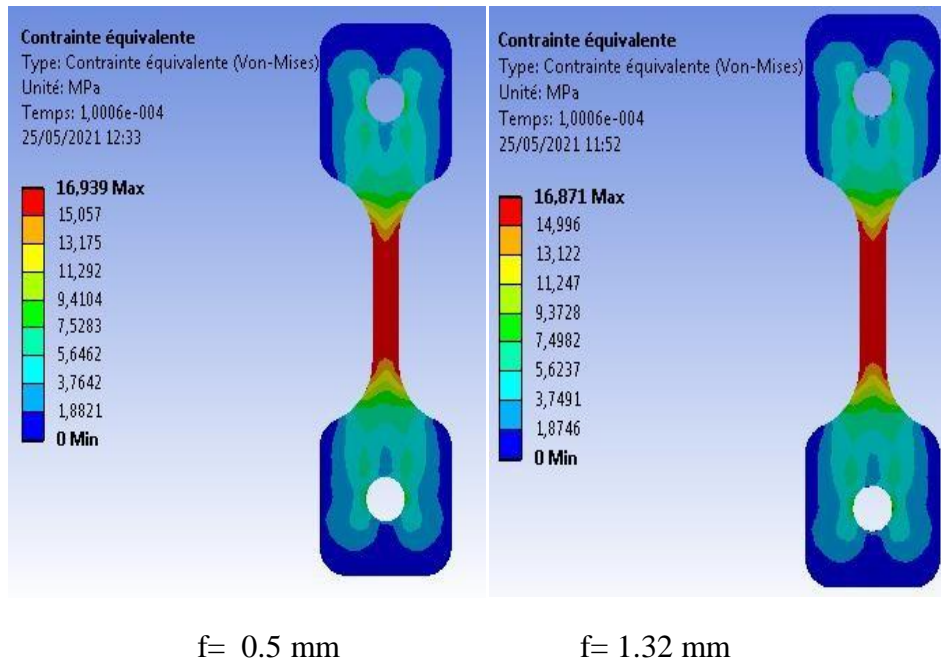


Figure IV.13 Ecartement entre les fibres d'éprouvette Alfa/Epoxy avec deux fibres cassées.



a) Contrainte de cisaillement.



b) Contrainte équivalente.

Figure IV.14 Distribution de la contrainte de cisaillement et la contrainte équivalente en fonction de l'écartement entre fibres.

IV.9 CONCLUSION

Les résultats du modèle numérique proposé dans ce chapitre mettent en évidence plusieurs points importants concernant le comportement au fluage et le comportement mécanique qui se résument en:

- Une nette proportionnalité entre la contrainte de cisaillement, la contrainte équivalente et le nombre de fibres cassées constituant l'éprouvette.
- La comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux montre une bonne concordance qualitative et quantitative. Par le critère de rupture Tsai-Wu, le modèle numérique permet de suivre l'évolution des dommages jusqu'au bec total des spécimens.
- La contrainte de cisaillement et la contrainte équivalente sont nettement proportionnelles avec la charge appliquée.
- L'augmentation du diamètre de la fibre réduit considérablement les deux contraintes ce qui augmente la durée de vie de ces structures.
- Une légère variation dans les contraintes en fonction de l'écartement entre fibres.

IV.10 Références

- [1] Mouloud. D, Boutchicha. D, Simulation Numérique par ANSYSWorkbench. Physical and Geometrical Effects on the Vibratory Pattern of a Pipe Carrying Fluid Flow. 2017.
- [2] Chatel . T, Gauthier. C, Pelletier. H, Le Houerou . V, Favier. D. Analyse Numérique Du Fluage Et De La Recouvrance D'un Contact Viscoélastique. 20ème Congrès Français de Mécanique Besançon, 29 août au 2 septembre 2011.
- [3] Altenbach H, Kolarow. G, Morachkovsky. O. K, Naumenko. K. On the accuracy of creep-damage predictions in thinwalled structures using the finite element method. *ComputationalMechanics* 25 (2000) 87-98Springer-Verlag 2000.
- [4] Willschu'tz. H.-G, Altstadt. E, Sehgal. B.R, Weiss. F.-P. Coupled thermal structural analysis of LWR vessel creep failure experiments. *Nuclear Engineering and Design* 208 (2001) 265–282.
- [5] Zolochovsky. A, Martynenko. A, Kühhorn. A. Structural benchmark creep and creep damage testing for finite element analysis with material tension–compression asymmetry and symmetry *Computers and Structures* 100-101 (2012) 27–38 journal homepage.
- [6] Yu. Q, Bažant. Z, and Wendner.R. Improved Algorithm for Efficient and Realistic Creep Analysis of Large Creep-Sensitive Concrete Structures 2012.
- [7] Hosseini. E, Holdsworth1. SR and Mazza. E. Stress regime-dependent creep constitutive model considerations in finite element continuum damage mechanics. *International Journal of Damage Mechanics* 22(8) 1186–1205. 2013
- [8] SEDMAK. A, Ljubica P. MILOVI, Mirko N. PAVI and Pejo I. Konjati. Finite element modelling of creep process – steady state stresses and strains. Sedmak, a. S., et al.: mathematical modeling of creep process thermal science. Vol. 18, Suppl. 1, pp. S179-S188.2014
- [9] Eric M. Jensen1 and Ray S. Fertig, Combined Multiscale Creep Strain and Creep Rupture Modeling for Composite Material.Conference. PaperJanuary 2015 56th AIAA/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference 5-9 January 2015, Kissimmee, Florida. AIAA 2015-1360.
- [10] Ivanco. V, Kmet. S, Fedorko. G. Finite element simulation of creep of spiral strands. *Engineering Structures* 117 (2016) 220–238.



***CONCLUSION
ET
PERSPECTIVES***

Conclusion Générale

Le présent travail apporte une réelle contribution dans le domaine du comportement au fluage et de la résistance des composites biosourcés par la méthode de la photoélasticité, car elle fusionne entre l'expérimental et la simulation numérique. Il est à noter que le fluage des composites biosourcés est un phénomène très complexe qui dépend de nombreux paramètres, comme le comportement au fluage de la matrice, l'interface fibre-matrice et la géométrie et la disposition des fibres naturelles. Nous avons également noté les mécanismes complexes tels que le transfert de charge de la matrice aux fibres qui augmentent la densité des fissures autour des fibres lors de la réponse au fluage. De cette enquête, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

- ✓ À l'aide du pycnomètre, la densité réelle des fibres est mesurée avec précision, car la porosité à l'intérieur des fibres est prise en compte. Cette densité est plus importante par rapport à la densité apparente donnée par le pesage et la mesure des diamètres des fibres. Cette technique nous a permis de définir les conditions de conformité du traitement des échantillons.
- ✓ Les essais de traction sur les fibres Alfa révèlent un comportement quasi-linéaire jusqu'à la rupture. Mais, un comportement non linéaire pour la résine époxy, qui nous donne une idée de la nature viscoélastique du composite biosourcé.
- ✓ Les essais de traction monotones sur composite unidirectionnel biosourcé avec une variation de la durée du test (variation du rapport déplacement / vitesse) révèlent que l'augmentation de la vitesse de déformation active le palier du fluage tertiaire.
- ✓ Pour des charges élevées, la contrainte et la déformation changent assez rapidement. Le phénomène de fluage est clairement présent après seulement quelques minutes jusqu'au stade tertiaire. En revanche, pour de faibles charges, le comportement au fluage met plusieurs jours à apparaître clairement.
- ✓ La réponse au fluage est accélérée avec la densité des fibres de fissure. Pour 3 fibres cassées, un fluage tertiaire est rapidement atteint. Certains échantillons se cassent même avant 24 heures. On peut donc dire que la fraction volumique des fibres a un effet significatif sur le comportement au fluage des échantillons.

- ✓ Le modèle de Burgers modifié avec cinq éléments, expose un très bon ajustement des courbes de fluage expérimentales avec une très petite erreur relative. La fonction de compliance au fluage est déduite des courbes de déformation.
- ✓ Malgré la nature complexe du composite biosourcé, la technique de mesure photoélastique nous a permis de reproduire facilement les diagrammes de contour et les franges dans les éprouvettes et de quantifier la distribution précise de la contrainte de cisaillement lors du test de fluage. Cette technique de mesure révèle les deux zones d'évolution de l'ordre des franges. La première zone à la section réduite mais la seconde près des fibres cassées. La fissure finale se produit dans la deuxième zone.
- ✓ La comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux montre une bonne concordance qualitative et quantitative. Par le critère de rupture Tsai-Wu, le modèle numérique permet de suivre l'évolution des dommages jusqu'au bec total des spécimens.
 - ✓ Une nette proportionnalité entre la contrainte de cisaillement, la contrainte équivalente et le nombre de fibres cassées constituant l'éprouvette.
 - ✓ La comparaison entre les résultats numériques et expérimentaux montre une bonne concordance qualitative et quantitative. Par le critère de rupture Tsai-Wu, le modèle numérique permis de suivre l'évolution des dommages jusqu'au bec total des spécimens.
 - ✓ La contrainte de cisaillement et la contrainte équivalent sont nettement proportionnelle avec la charge appliquée.
 - ✓ L'augmentation le diamètre de la fibre réduit considérablement les deux contraintes ce qui augmente la durée de vie de ces structures.
 - ✓ Une légère variation dans les contraintes en fonction de l'écartement entre fibres.

Pour futures recommandations, nous comptons élargir cette étude à la fatigue des composites biosourcés. Nous comptons aussi introduire l'effet thermique pour accélérer le fluage. Il est aussi envisageable de faire un calcul probabiliste pour estimer la résistance des composites biosourcés sous chargement de fluage. Une simulation numérique est aussi prévue pour calibrer nos modèles.