

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Génie Mécanique  
Ref : .....



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الهندسة الميكانيكية  
المرجع: .....

Thèse présentée en vue de l'obtention  
du diplôme de  
**Doctorat en sciences : Génie Mécanique**

**Option : Génie Mécanique**

**Contribution à la caractérisation des matériaux composites  
renforcés de fibres végétales**

Présentée par :  
**DJEBLOUN Youcef**

Soutenue publiquement le 28/10/2018

**Devant le jury composé de :**

Dr. BENCHABANE Adel	Professeur	Président	Université de Biskra
Dr. HECINI Mabrouk	Professeur	Rapporteur	Université de Biskra
Dr. AZOUAOUI Krimo	Professeur	Examineur	USTHB d'Alger
Dr. BRIOUA Mourad	Professeur	Examineur	Université de Batna 2
Dr. ZAOUI Moussa	Maitre de Conférences 'A'	Examineur	Université de M' Sila
Dr. SEDIRA Lakhdar	Maitre de Conférences 'A'	Examineur	Université de Biskra

*A mes parents,  
Mon frère et mes sœurs,  
A ma femme et sa famille,  
mes enfants Hani et Nesrine.*

## **Remerciements**

Je remercie avant tout **ALLAH** de m'avoir gardé en bonne santé afin de mener à bien mon projet de recherche.

Ce travail de recherche a été réalisé au laboratoire de Génie Mécanique (LGM), de l'université de Biskra sous la direction de Monsieur Le Professeur **HECINI Mabrouk**, directeur de laboratoire de génie mécanique (LGM), que je tiens à lui adresser ma profonde reconnaissance. Merci d'avoir accepté de m'encadrer sur un sujet aussi passionnant, suivi et dirigé pour la concrétisation de ce travail. Merci de m'avoir assuré au niveau humain et technique, les meilleures conditions de travail.

Je remercie le Professeur **BENCHABANE Adel**, de l'université de Biskra, d'avoir accepté de présider le Jury de la soutenance, qu'il soit assuré de ma profonde reconnaissance.

Je tiens également à remercier Messieurs les Professeurs **AZOUAOUI Krimo** de l'USTHB d'Alger, **BRIOUA Mourad** de l'université de Batna 2 et le Docteur **ZAOUI Moussa** de l'université de M'Sila, ainsi que le Docteur **SEDIRA Lakhdar** de l'université de Biskra, qui ont bien accepté la lourde tâche d'examiner ce travail doctoral.

Je tiens à remercier vivement Dr. **GUERIRA Belhi**, directeur du département de Génie Mécanique de l'université de Biskra, Mme. **LOUCIF Amina**, chef de service du laboratoire de plasturgie de l'usine des câbles électrique ENICA-Biskra et Mr. **SEDRATI Sadok** technicien supérieur au Hall technologique de l'université de Biskra pour leur aide à achever la partie expérimentale.

Un grand remerciement également au Dr. **MAHBOUB Chawki**, Mr. **DJOUDI Tarek** et Dr. **DJEMAI Hocine** pour leurs aides et leurs disponibilités.

Enfin, je n'oublierai pas d'associer dans mes remerciements à l'ensemble des enseignants de mon département de génie mécanique et mes collègues, les plus chers, Pr. **BRIMA Abdelhafid**, Mr. **ACHOURI Elhadj**, Dr. **AOUES Kamel**, Dr. **LABED Adnane**, Dr. **BOULTIF Noura** et Dr. **TOUBA Mohamed Moustapha**.

*Merci*  
Youcef Djeboun

# Sommaire

<b>Remerciement</b>	ii
<b>Nomenclatures</b>	vi
<b>Liste des figures</b>	viii
<b>Liste des tableaux</b>	xi

<b>Introduction Générale.....</b>	1
Contexte de l'étude.....	2
Motivation et objectifs.....	3
Structure de la thèse.....	3
Références.....	5

## Chapitre I : Etude bibliographique

<b>Introduction.....</b>	7
<b>I.1 Les fibres végétales.....</b>	7
<b>I.2 Présentation des fibres végétales.....</b>	7
I.2.1 Fibres du jute .....	8
I.2.2 Fibres de chanvre.....	9
I.2.3 Fibres de sisal.....	10
I.2.4 Fibres d'Alfa.....	11
I.3.5 Fibres de lin.....	11
I.3.6 Fibres de ramie.....	11
I.3.7 Production et disponibilité des fibres végétales .....	12
<b>I.3 Structure d'une fibre végétale.....</b>	13
I.3.1 La cellulose .....	14
I.3.2 Les hémicelluloses.....	15
I.3.3 Les lignines.....	16
<b>I.4 Méthodes d'extraction des fibres.....</b>	17
I.4.1 Extraction mécanique.....	18
I.4.2 Extraction chimique.....	18
I.4.3 Extraction biologique.....	19
<b>I.5 Propriétés physico-mécaniques des fibres végétales.....</b>	20
<b>I.6 Avantages et inconvénients des fibres végétales.....</b>	21
<b>I.7 Les matrices polymères.....</b>	22
I.7.1 Résines thermodurcissables.....	23
I.7.2 Résines thermoplastiques.....	24
<b>I.8 Les composites.....</b>	24
I.8.1 Procédés de fabrication des composites.....	25

I.8.2	Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales.....	26
I.8.3	Domaines d’application des matériaux composites à fibres végétales.....	27
<b>I.9</b>	<b>Synthèse.....</b>	<b>29</b>
	<b>Références.....</b>	<b>30</b>

## **Chapitre II : Etude du Comportement du Fibre de Palmier Dattier**

	<b>Introduction.....</b>	<b>33</b>
<b>II.1</b>	<b>Généralités sur le palmier dattier.....</b>	<b>33</b>
II.1.1	Le tronc.....	34
II.1.2	La couronne.....	34
II.1.3	La palme.....	34
II.1.4	Le grappe.....	35
<b>II.2</b>	<b>Fibres de palmier dattier.....</b>	<b>35</b>
<b>II.3</b>	<b>Déchet de palmier dattier.....</b>	<b>35</b>
<b>II.4</b>	<b>Synthèse des travaux sur le palmier dattier.....</b>	<b>37</b>
<b>II.5</b>	<b>Protocole expérimental.....</b>	<b>38</b>
II.5.1	Matériau utilisé.....	38
II.5.2	Caractérisation physique du ‘Lif’.....	40
II.5.2.1	Etude morphologique.....	40
II.5.2.2	Détermination de la masse volumique.....	40
II.5.2.3	Méthode de diffraction des rayons X (DRX).....	41
II.5.3	Caractérisation mécanique de la fibre de palmier dattier ‘Lif’.....	41
II.5.3.1	Essai de traction.....	41
II.5.3.2	Essai de torsion.....	43
<b>II.6</b>	<b>Résultats et discussion.....</b>	<b>45</b>
II.6.1	Caractérisation morphologique de la fibre de palmier dattier.....	45
II.6.2	La masse volumique de la fibre de palmier dattier.....	46
II.6.3	Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	47
II.6.4	Essai de traction.....	48
II.6.5	Essai de torsion.....	51
<b>II.7</b>	<b>Synthèse.....</b>	<b>54</b>
	<b>Références.....</b>	<b>55</b>

## **Chapitre III : Mise en œuvre et caractérisation du composite**

	<b>Introduction.....</b>	<b>58</b>
<b>III.1</b>	<b>Matériaux de l’étude.....</b>	<b>61</b>
III.1.1	Polypropylène.....	61
III.1.2	Polyester.....	62

III.1.3	Epoxy.....	62
III.1.4	Préparation du renfort en Lif.....	63
<b>III.2</b>	<b>Protocole expérimental.....</b>	<b>65</b>
III.2.1	Mise en œuvre des composites.....	65
III.2.1.1	Composite Lif-polypropylène.....	65
III.2.1.2	Composite Lif-(polyester et époxyde).....	68
III.2.2	Préparation des éprouvettes.....	70
III.2.3	Essai de caractérisation par traction.....	72
<b>III.3</b>	<b>Résultats et discussion.....</b>	<b>73</b>
<b>III.4</b>	<b>Observations microscopiques.....</b>	<b>78</b>
<b>III.5</b>	<b>Synthèse.....</b>	<b>82</b>
	<b>Références.....</b>	<b>83</b>

## **Chapitre IV : Caractérisation du bio-composite par une technique d'homogénéisation**

	<b>Introduction.....</b>	<b>85</b>
<b>IV.1</b>	<b>Méthodologie de l'homogénéisation.....</b>	<b>86</b>
IV.1.1	La représentation.....	86
IV.1.2	La localisation.....	87
IV.1.3	L'homogénéisation.....	88
<b>IV.2</b>	<b>Modèles d'homogénéisation.....</b>	<b>88</b>
IV.2.1	Bornes de Voigt et Reuss.....	88
IV.2.2	Modèle d'Eshelby.....	89
IV.2.3	Modèle auto-cohérent.....	89
IV.2.4	Modèle de Mori-Tanaka.....	90
<b>IV.3</b>	<b>Analyse de la surface élémentaire représentative par la technique d'imagerie numérique.....</b>	<b>93</b>
<b>IV.4</b>	<b>Algorithme de la technique d'homogénéisation.....</b>	<b>94</b>
<b>IV.5</b>	<b>Application de la technique d'homogénéisation.....</b>	<b>96</b>
IV.5.1	Traitement numérique de la SER.....	96
IV.5.2	Caractéristiques mécaniques des constituants.....	96
IV.5.3	Résultats et discussion.....	97
<b>IV.6</b>	<b>Synthèse.....</b>	<b>100</b>
	<b>Références.....</b>	<b>101</b>

	<b>Conclusion Générale.....</b>	<b>102</b>
--	---------------------------------	------------

<b>Annexe1</b>	
<b>Annexe2</b>	
<b>Annexe3</b>	

# *Nomenclatures*

## **Paramètres expérimentaux :**

D (m) : diamètre de la fibre

L (m) : longueur de la fibre

M (Kg) : masse

$\rho$  (g/cm<sup>3</sup>) : la masse volumique

F (N): force

$\varepsilon$  (%) : déformation

$\sigma$  (MPa) : contrainte

E (MPa) : module d'Young

G (MPa) : module de cisaillement

$\nu$  (/) : coefficient de Poisson

$\mu$  et  $\lambda$  (Mpa) : coefficient de Lamé

$\tau$  (joule) : couple de torsion

$\theta$  (degré) : angle

$\omega$  (rad/s) : pulsation de l'oscillation

$I_G$  (Kg.m<sup>2</sup>) : moment d'inertie de la masse

T (s) : période de l'oscillation

## **Matériaux :**

DN : Palmier dattier de Deglet-Nour (dattes fines)

DG : Palmier dattier d'Elghers (dattes molles)

DB : Palmier dattier de Deglet- Beida (dattes blanches)

MD : Palmier de Mech- Deglet (dattes seches)

DO : Dhokar (palmier male)

PP : Polypropylène

PPL : Composites Lif- polypropylène

POL : Composites Lif-polyester

EPL : Composites Lif-Epoxy

**Techniques :**

DRX : Diffraction des Rayons X

VER : volume élémentaire représentative

SER : surface élémentaire représentative

$X_1, X_2, X_3$  : repère cartésien global

$x_1, x_2, x_3$  : repère cartésien local

$f$  : fraction surfacique de la phase

$C$  : tenseur de rigidité

$S$  : tenseur de souplesse

$I$  : tenseur identique (6×6)

$S_{Esh}$  : tenseur d'Eshelby

$L$  : tenseur de localisation

$R$  : tenseur de Reuter

$T$  : tenseur de rotation

$n$  : nombre de phase

$i$  : indice de la phase

# Liste des figures

<b>Figure I.1</b>	Classification des fibres végétales.....	8
<b>Figure I.2</b>	Le jute.....	9
<b>Figure I.3</b>	Le chanvre.....	9
<b>Figure I.4</b>	Le sisal.....	10
<b>Figure I.5</b>	l'Alfa.....	10
<b>Figure I.6</b>	Le lin.....	11
<b>Figure I.7</b>	La ramie.....	12
<b>Figure I.8</b>	Cultures mondiales de fibres primaires parmi les quarante dernières années.....	12
<b>Figure I.9</b>	Production mondiale de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008).....	13
<b>Figure I.10</b>	Structure schématique d'une fibre végétale.....	14
<b>Figure I.11</b>	Molécule de la cellulose.....	15
<b>Figure I.12</b>	Structure d'un type de xyloglucane.....	15
<b>Figure I.13</b>	Représentation schématique de la lignine.....	16
<b>Figure I.14</b>	Structure des précurseurs de la lignine.....	17
<b>Figure I.15</b>	Types de matrice polymérique.....	23
<b>Figure I.16</b>	Classification schématique des différents types de composites.....	25
<b>Figure I.17</b>	Utilisation de fibres naturelles dans l'industrie automobile allemande de 1999 à 2005.....	27
<b>Figure I.18</b>	Composants d'automobile en composites de fibres végétales.....	28
<b>Figure I.19</b>	Composants du bâtiment faits de composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales.....	28
<b>Figure I.20</b>	Eolienne verticale en composites renforcé de fibres de Lin.....	29
<b>Figure II.1</b>	Schéma de palmier dattier.....	34
<b>Figure II.2</b>	Schéma d'une palme de palmier dattier.....	35
<b>Figure II.3</b>	Quelques applications des déchets de palmier dattier.....	36
<b>Figure II.4</b>	Localisation des fibres de Lif dans le palmier dattier.....	38
<b>Figure II.5</b>	Séparation des fibres nobles du Lif.....	39
<b>Figure II.6</b>	Spécimens d'essai de traction de fibres du Lif.....	39
<b>Figure II.7</b>	Microscope optique digital (DigiBlue QX5 QSG).....	40
<b>Figure II.8</b>	Instruments de mesure de la masse volumique des fibres.....	40

<b>Figure II.9</b>	Photographie de l'appareille de rayons X de type D8 ADVANCE...	41
<b>Figure II.10</b>	Cordon pneumatique et poignée de fil.....	42
<b>Figure II.11</b>	Dispositif de fixation de la fibre du Lif par les mors.....	42
<b>Figure II.12</b>	Pendule de torsion.....	44
<b>Figure II.13</b>	Images microscopiques de la surface latérale du Lif (×60).....	46
<b>Figure II.14</b>	Images du MEB d'une fibre de palmier dattier Lif.....	46
<b>Figure II.15</b>	diffraction des rayons X de la fibre du Lif.....	47
<b>Figure II.16</b>	Courbes contrainte-déformation pour la fibre du Lif de différents types de palmiers dattier.....	48
<b>Figure II.17</b>	Variation des propriétés mécaniques de la fibre du Lif en fonction de différents types de palmier dattier.....	50
<b>Figure III.1</b>	Polypropylène.....	61
<b>Figure III.2</b>	Résine polyester.....	62
<b>Figure III.3</b>	Résine Epoxyde avec leur durcisseur.....	63
<b>Figure III.4</b>	Fibres du Lif broyées.....	63
<b>Figure III.5</b>	Moulinette à broyer.....	64
<b>Figure III.6</b>	Tamiseuse à vibration.....	64
<b>Figure III.7</b>	Extrudeuse mono-vis.....	65
<b>Figure III.8</b>	Compounds avec différents taux de fibre.....	66
<b>Figure III.9</b>	Plaques moulées de différent taux de fibre.....	66
<b>Figure III.10</b>	Presse à compression à chaud.....	67
<b>Figure III.11</b>	Moule ouvert de la presse à compression à chaud.....	68
<b>Figure III.12</b>	Plaques en composites Lif-Epoxy.....	68
<b>Figure III.13</b>	Présentation du moule des composites.....	69
<b>Figure III.14</b>	Préparation des deux résines polyester et époxy.....	69
<b>Figure III.15</b>	Moulage des plaques composites.....	70
<b>Figure III.16</b>	Géométrie des éprouvettes de traction Lif-polypropylène.....	71
<b>Figure III.17</b>	Géométrie des éprouvettes de traction Lif-(polyester et époxy).....	71
<b>Figure III.18</b>	Machine de découpe au laser de type GY-9060E.....	72
<b>Figure III.19</b>	Éprouvettes altère d'essai de traction.....	72
<b>Figure III.20</b>	Machine de traction type INSTRON modèle 5969.....	73
<b>Figure III.21</b>	Éprouvettes de traction après rupture.....	73

<b>Figure III.22</b>	Courbe contrainte-déformation pour le composite Lif-Polypropylène.....	74
<b>Figure III.23</b>	Courbe contrainte-déformation pour le composite Lif-polyester.....	74
<b>Figure III.24</b>	Courbe contrainte-déformation pour le composite Lif-Epoxy.....	75
<b>Figure III.25</b>	Module d'élasticité des différents types de composites en fonction du taux de fibres.....	77
<b>Figure III.26</b>	Contrainte à la rupture des différents types de composites en fonction du taux de fibres.....	77
<b>Figure III.27</b>	Déformation à la rupture des différents types de composites en fonction du taux de fibres.....	78
<b>Figure III.28</b>	Microscope optique.....	79
<b>Figure III.29</b>	Micrographie optique du composite PPL (x10).....	79
<b>Figure III.30</b>	Surface coupée par laser (x10).....	80
<b>Figure III.31</b>	Surfaces de rupture des composites POL et EPL (x10).....	80
<b>Figure III.32</b>	Surfaces de rupture de la fibre (x20).....	81
<b>Figure III.33</b>	Déchaussement et décohésion de la fibre (x10).....	81
<b>Figure IV.1</b>	Représentation du VER.....	87
<b>Figure IV.2</b>	Conditions de déformations homogènes au contour.....	87
<b>Figure IV.3</b>	Conditions de contrainte homogène au contour.....	87
<b>Figure IV.4</b>	Méthode de Mori-Tanaka : représentation du problème élémentaire..	90
<b>Figure IV.5</b>	Orientation effective de la fibre.....	91
<b>Figure IV.6</b>	Orientation de la phase (i) dans le plan.....	92
<b>Figure IV.7</b>	Photo numérique de SER.....	93
<b>Figure IV.8</b>	Les paramètres de l'inclusion.....	93
<b>Figure IV.9</b>	Algorithme de la technique d'homogénéisation.....	95
<b>Figure IV.10</b>	Protocole du traitement d'une SER.....	96
<b>Figure IV.11</b>	Comparaissent du module d'élasticité numérique et expérimental....	100

# Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b>	Composition chimique de certaines fibres végétales.....	17
<b>Tableau I.2</b>	Propriétés physico-mécaniques des fibres végétales comparées aux renforts synthétiques.....	21
<b>Tableau I.3</b>	Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	22
<b>Tableau I.4</b>	Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	23
<b>Tableau I.5</b>	Caractéristiques des résines thermoplastiques.....	24
<b>Tableau I.6</b>	Caractéristiques mécaniques des composites renforcés par des fibres végétales.....	26
<b>Tableau II.1</b>	Superficie et nombre de palmiers complantés.....	33
<b>Tableau II.2</b>	Utilisation de déchet du palmier dattier.....	36
<b>Tableau II.3</b>	Propriétés mécaniques de quelques variétés du Lif de palmier	37
<b>Tableau II.4</b>	Masse volumique de la fibre Lif par des cinq types du palmier dattier.....	47
<b>Tableau II.5</b>	Propriétés mécaniques de la fibre du Lif de différents types de palmier dattier.....	49
<b>Tableau II.6</b>	Caractéristiques mécaniques du fil de cuivre.....	51
<b>Tableau II.7</b>	Résultats des essais de torsion.....	52
<b>Tableau II.8</b>	Comparaison de la fibre Lif à d'autres fibres.....	53
<b>Tableau III.1</b>	Condition du moulage par compression à chaud.....	67
<b>Tableau III.2</b>	Désignation des plaques composites.....	70
<b>Tableau III.3</b>	Résultats des essais de traction (Lif-polypropylène).....	76
<b>Tableau III.4</b>	Résultats des essais de traction (Lif-polyester).....	76
<b>Tableau III.5</b>	Résultats des essais de traction (Lif-époxy).....	76
<b>Tableau IV.1</b>	Caractéristiques élastiques des constituants.....	97
<b>Tableau IV.2</b>	Paramètre des phases des composites.....	98
<b>Tableau IV.3</b>	Les caractéristiques mécaniques des composites.....	99

# *Résumé*

Le développement des matériaux composites renforcés de fibres végétales est encouragé par son impact économique et écologique. En effet, le caractère naturel de ces fibres lui permet de promouvoir une industrie durable.

Les matériaux composites de ce type sont utilisés essentiellement dans les domaines du bâtiment, de l'industrie du transport et dans l'emballage. Leurs caractéristiques mécaniques sont proches des composites à fibres synthétiques avec une densité et un coût plus faibles.

L'utilisation de certaines fibres végétales nécessite des traitements mécanique et chimique pour l'extraction et l'amélioration de leur adhésion et leur dispersion dans la matrice.

A travers cette thèse, nous avons pu valoriser les rejets agricoles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) en particulier la fibre Lif par leur introduction comme renfort fibreux dans la préparation des composites à matrice polymérique (polypropylène, polyester et époxy).

Le but de la première partie de la thèse était d'explorer différents types de fibres végétales locales du palmier dattier par la caractérisation physique et mécanique pour l'identifier par rapport aux autres fibres végétales et synthétiques.

La deuxième partie était consacrée à la mise en œuvre d'un matériaux composites techniquement et économiquement acceptable. Il s'agit de tester la faisabilité de renforcer différents types de résines polymère par la fibre de palmier dattier appelée localement Lif. La caractérisation mécanique des matériaux composites obtenus par les essais normalisés permettra de les classer parmi les matériaux traditionnels (fibres de verre).

La dernière partie est consacrée à la méthode d'homogénéisation basée sur l'analyse d'un matériau composite renforcé de fibres de palmier dattier courte par la technique d'imagerie et le modèle d'homogénéisation de Mori-Tanaka pour déterminer les caractéristiques mécaniques (module d'élasticité, module de cisaillement et coefficient de Poisson).

**Mots Clés :** Matériaux composites, fibres de palmier dattier, Résine polymère, Caractérisation mécanique, technique d'imagerie, méthode d'homogénéisation.

# ملخص

يتم تشجيع تطوير المواد المركبة المقواة بالألياف النباتية من خلال تأثيرها الاقتصادي والإيكولوجي. وبالفعل ، فإن التركيبة الطبيعية لهذه الألياف تسمح لها بالترويج لصناعة مستدامة. تستخدم المواد المركبة من هذا النوع بشكل رئيسي في صناعات البناء، النقل والتعبئة. حيث خصائصها الميكانيكية قريبة من المواد المركبة المصنوعة من الألياف الزجاجية زيادة على ذلك كثافتها أخف وتكلفتها أقل. لاستخدام هذه الألياف النباتية المعينة يتطلب علاجات ميكانيكية وكيميائية لاستخراجها وتحسين التصاقها بالمصنوفة.

من خلال هذه الأطروحة، تمكنا من تقدير قيمة الرذائل الزراعية لنخيل التمر (*Phoenix dactylifera*) و على وجه الخصوص ألياف الليف من خلال إدخالها كتنقية ليفية في تحضير المواد المركبة المصنوعة من المصنوفة البوليمرية (البولي بروبيلين والبوليستر والايوكسي).

كان الهدف من الجزء الأول من الأطروحة هو استكشاف الألياف النباتية المحلية (ألياف نخيل التمر) وكذلك تحديد الخصائص الفيزيائية و الميكانيكية للألياف لأنواع مختلفة من نخيل التمر في حالته الخام للتعرف عليها وتصنيفها ضمن الألياف النباتية و الصناعية الأخرى.

أما الجزء الثاني فقد خصص لتصنيع مواد مركبة مقبولة تقنيًا واقتصاديًا. ويشمل ذلك اختبار جدوى ألياف نخيل التمر وأنواع مختلفة من راتنجات البوليمر وفحص مدى توافقها. الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة التي تم الحصول عليها من خلال الاختبارات الشد سيصنفها ضمن المواد تقليدية (ألياف زجاجية).

و في الأخير تم تطوير طريقة التجانس المبني على تحليل مادة مركبة معززة بألياف نخيل التمر القصيرة بواسطة تقنية التصوير وطريقة التجانس (*Mori-Tanaka*) لتحديد الخصائص الميكانيكية (معامل المرونة ، معامل القص ومعامل بواسون).

**كلمات دالة:** المواد المركبة ، ألياف النخيل التمر ، راتنجات البوليمر ، التوصيف الميكانيكي ، تقنية التصوير ، طريقة التجانس.

# Introduction générale

## *Sommaire*

---

<b>Contexte de l'étude.....</b>	<b>02</b>
<b>Motivation et objectifs.....</b>	<b>03</b>
<b>Structure de la thèse.....</b>	<b>03</b>
<b>Références.....</b>	<b>05</b>

---

## Contexte de l'étude

Depuis plusieurs décennies, l'utilisation des matériaux composites dans divers applications a connue un progrès considérable à cause des excellentes propriétés mécaniques de ce type de matériau par rapport au poids. Cette utilisation est plus croissante dans le domaine du transport et l'aéronautique où la légèreté est très demandée [1].

De nos jours les polymères renforcés par des fibres synthétiques sont présents dans la vie de chaque individu, ils sont utilisés dans plusieurs applications qu'il serait très difficile de s'en passer. Mais au delà de leurs nombreux atouts, ils génèrent des déchets volumineux qui posent d'énormes problématiques liée à leur traitement en fin de vie [2].

Le problème dans ces composites est qu'ils ne sont pas durables. Ils ont également un impact néfaste sur l'environnement pendant la fabrication et après leur utilisation finale, où les déchets solides générés ont un effet toxique sur le sol. Ces raisons augmentent l'importance des composites bio-sourcés et biodégradables.

La fibre naturelle est un type de sources renouvelables et une nouvelle génération de renforts et de suppléments pour les matériaux à base de polymères. Le développement des matériaux composites à base de fibres naturelles ou de composites écologiques a récemment été un sujet brûlant en raison de la sensibilisation mondiale croissante à l'environnement. Les fibres naturelles sont des matériaux qui peuvent remplacer les matériaux synthétiques et ses produits connexes pour les applications avec moins de poids et d'économie d'énergie. Le développement des composites renforcés de fibres naturelles a été l'une des réalisations remarquables dans le domaine de la science des matériaux au cours du siècle dernier [3].

Plusieurs investigations ont été menées pour renforcer différents types de polymères tels que les thermodurcissables et les thermoplastiques. L'idée principale derrière l'introduction des fibres naturelles dans les plastiques était de réduire le coût des matières premières et les problèmes environnementaux, tout en produisant des matériaux avec des propriétés acceptables [3].

Les applications des fibres naturelles sont en croissance dans de nombreux secteurs tels que l'automobile, le meuble, l'emballage et les matériaux de construction. Ceci est principalement dû à leurs avantages par rapport aux fibres synthétiques, c'est-à-dire faible coût, faible poids, moins de dommages à l'équipement de traitement, meilleure finition de surface des pièces moulées composite, bonne relative mécanique propriétés, ressources abondantes et renouvelables.

Les fibres naturelles provenant des plantes et des animaux étaient l'un des matériaux les plus couramment utilisés et il n'est pas étonnant de savoir que les composites biodégradables ne sont pas nouveaux pour l'humanité.

L'Algérie possède les capacités qui la qualifient pour être un pays leader dans l'utilisation de nombreux types de produits agricoles tels que la canne de blé, l'alfa et les fibres de palmier dattier qui peut être utilisé dans les produits composites biodégradables.

En Algérie Les pailles de blé, d'Orge, le Diss et le déchet de palmier dattier sont souvent un problème et parfois brûlées dans les champs comme moyen d'élimination. Ces déchets agricoles peuvent être utilisés comme charges (renforts en polymère ou ciment) pour développer les propriétés des matériaux bio-composites, fournissant ainsi des emplois et améliorant les conditions de vie de la population rurale.

### **Motivation et objectifs**

La recherche mondiale actuelle encourage le développement de nouveaux matériaux composites renforcés de fibres végétales (bio-sourcé et biodégradables) dans différentes secteurs, pour maintenir la santé humaine et l'environnement.

L'objectif de cette thèse est d'explorer les fibres végétales locales pour produire un matériaux composites techniquement et économique acceptable. Il s'agit de tester la faisabilité de fibres de plusieurs types de palmiers dattiers et examiner leurs compatibilités avec les résines polymères. La caractérisation mécanique des matériaux composites obtenus par les essais normalisés permettra de les classer parmi les matériaux traditionnels à fibres synthétiques tel que les fibres de verres.

### **Structure de la thèse**

Le plan de la réduction de cette thèse est composé de quatre chapitres:

Le premier chapitre, présente une description des matériaux composites à renforts fibreux végétales, et situe le contexte de développement et d'utilisation de ces produits. La connaissance de la structure et la composition chimique de chacun des constituants est nécessaire pour appréhender l'étude des interactions entre les fibres de renforts et les matrices. Dans cette étude bibliographique, nous nous proposons de présenter une description des différents constituants entrant dans la mise en forme des matériaux composites en les regroupant par catégories. Les différentes techniques de fabrication seront ensuite explicitées et mises en relation avec les types de constituants utilisés. Ensuite nous nous proposons de présenter quelques domaines d'applications des matériaux composites renforcés par des fibres végétales.

Dans le deuxième chapitre, on présente une étude de valorisation d'une fibre végétale locale de palmier dattier appelée "Lif". La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique sur le palmier dattier, qui présente une étude morphologique, les différents types de fibres de palmier dattier et les travaux réalisés dans la littérature sur le palmier dattier. Dans la deuxième partie, on présente une étude de caractérisation physico-mécanique de la fibre Lif. Cette investigation comprendra une étude morphologique, la détermination de la masse volumique, l'analyse par DRX, la détermination des modules d'élasticité et le coefficient de Poisson.

Le troisième chapitre, présente des composites à base de fibres de palmier dattier de la région de Biskra (Algérie) dite localement Lif et des matrices polymères : thermoplastique (polypropylène) et thermodurcissable (polyester et époxy). Ce chapitre est consacré à l'étude de l'influence de différents paramètres comme le procédé de la mise en œuvre et le taux de fraction massique du renfort sur les propriétés mécaniques de ces composites enfin à une étude microscopique.

Dans le quatrième chapitre, on propose une méthode d'homogénéisation analytique pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau composite renforcé par des fibres courtes du Lif de palmier dattier. Cette étude est effectuée en deux étapes. La première étape consiste à analyser une image d'une surface élémentaire des échantillons du matériau à l'aide d'outil informatique pour déterminer tous les paramètres de l'inclusion. Ensuite, la deuxième étape utilise le modèle d'homogénéisation de Mori-Tanaka pour calculer la matrice de rigidité du matériau.

Finalement une conclusion générale reprendra les principaux résultats de cette étude qui permettent de répondre à plusieurs questionnements scientifiques. Cette conclusion donnera ainsi la présentation des perspectives envisagées pour la poursuivre de cette étude.

## Références

- [1] Youcef Djebbloun, Mabrouk Hecini, Tarek Djoudi, and B. Guerira, "Experimental determination of elastic modulus of elasticity and Poisson's coefficient of date palm tree fiber," *Journal of Natural Fibers*, published online, 11 Jan 2018.
- [2] M. B. H. Latifa, "Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables," Thèse de doctorat, Université d'Oran 2, Algérie, 2016.
- [3] J. L. Toupe, "Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles: application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine post-consommation," Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, Canada, 2015.

# Chapiter I.

## Etude bibliographique

### *Sommaire*

---

	<b>Introduction.....</b>	7
<b>I.1</b>	<b>Les fibres végétales.....</b>	7
<b>I.2</b>	<b>Présentation des fibres végétales .....</b>	7
I.2.1	Fibres de jute .....	8
I.2.2	Fibres de chanvre .....	9
I.2.3	Fibres de sisal .....	10
I.2.4	Fibres d'Alfa .....	10
I.2.5	Fibres de lin .....	11
I.2.6	Fibres de ramie .....	11
I.2.7	La production et la disponibilité des fibres végétales .....	12
<b>I.3</b>	<b>Structure d'une fibre végétale .....</b>	13
I.3.1	La cellulose .....	14
I.3.2	Les hémicelluloses .....	15
I.3.3	Les lignines .....	16
<b>I.4</b>	<b>Méthodes d'extraction des fibres.....</b>	17
I.4.1	L'extraction mécanique.....	18
I.4.2	L'extraction chimique.....	18
I.4.3	L'extraction biologique.....	19
<b>I.5</b>	<b>Propriétés physico-mécaniques des fibres végétales.....</b>	20
<b>I.6</b>	<b>Avantages et inconvénients des fibres végétales.....</b>	21
<b>I.7</b>	<b>Les matrices polymères.....</b>	22
I.7.1	Résines thermodurcissables.....	23
I.7.2	Résines thermoplastiques.....	24
<b>I.8</b>	<b>Les composites.....</b>	24
I.8.1	Procédés de fabrication des composites.....	25
I.8.2	Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales.....	26
I.8.3	Domaine d'application des matériaux composites à fibres végétales.....	27
<b>I.9</b>	<b>Synthèse.....</b>	29
	<b>Références.....</b>	30

---

## Introduction

Dans ce chapitre on présente une description des matériaux composites à renforts fibreux végétales, et situe le contexte de développement et d'utilisation de ces produits. La connaissance de la structure et la composition chimique de chacun des constituants est nécessaire pour appréhender l'étude des interactions entre les fibres de renforts et les matrices. Dans cette étude bibliographique, nous nous proposons de présenter une description des différents constituants entrant dans la mise en forme des matériaux composites en les regroupant par catégories. Les différentes techniques de fabrication seront ensuite explicitées et mises en relation avec les types de constituants utilisés. Ensuite nous nous proposons de présenter quelques domaines d'applications des matériaux composites renforcés par des fibres végétales.

### I.1. Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des matériaux filamenteux issus de la biomasse. Elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante cultivée, des arbustes et des herbes. Sont susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société.

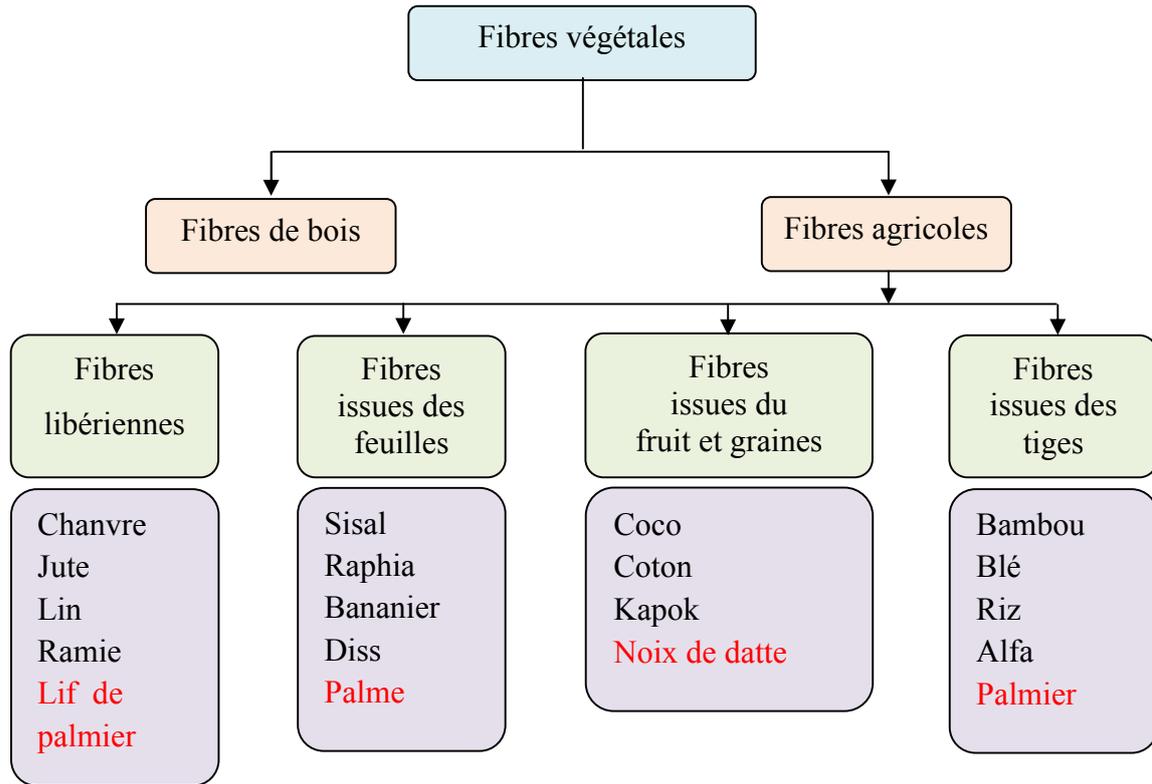
La fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des filaments végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale [1].

Les fibres végétales sont également caractérisées par la diversité de l'épaisseur de leur paroi cellulaire résultant de la porosité fibreuse [2].

La forme morphologique de la fibre végétale peut également être un facteur important dans la compréhension du transfert de contrainte aux interfaces fibre-matrice [3].

### I.2. Présentation des fibres végétales

Il existe une grande variété de fibres végétales qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges des matériaux composites. Elles sont classées suivant leur provenance et leur forme (**Figure I.1**).



**Figure I.1:** Classification des fibres végétales

### I.2.1. Fibres de jute

Le jute sont des arbustes de 2 à 4 m de haut, à tige rigide et fibreuse de 2 cm de diamètre environ, et ramifiée seulement dans la partie supérieure. Les feuilles, longuement pétioolées, à limbe triangulaire font 10 à 15 cm de long sur 5 cm de large (**Figure I.2**). Le jute se situe en sud-est asiatique. Les principaux producteurs sont l'inde, le Bangladesh et la chine.

Les composites à matrice thermoplastique renforcée par des fibres de jute ont été utilisés dans l'industrie en Allemagne pour fabriquer les portes en panneaux composites. La fibre de jute est utilisée par les tireurs d'élite pour créer un filet de la forme d'un vêtement. Ce type de vêtement de camouflage est appelé une ghillie suit.

Diverses recherches ont été réalisées sur ces composites, ces études ont porté notamment sur la stabilité thermique, la cristallinité, la durabilité, l'orientation des fibres, le frottement à l'usure, et l'éco-conception des composants automobiles [4].



**Figure I.2** : Le jute [5, 6]

### I.2.2. Fibres de chanvre

Le chanvre est une variété de plante cultivée. C'est une plante annuelle de la famille Cannabis (**Figure I.3**). Les principaux producteurs sont la France et l'Italie. Les fibres de chanvre sont très recherchées comme renfort dans les composites à matrice thermoplastique à cause de sa grande rigidité et de son intérêt économique. Elles sont appliquées dans les structures internes, les pièces automobiles et les matériaux de construction.



**Figure I.3** : Le chanvre [7]

### I.2.3. Fibres de sisal

Le sisal est le nom de la fibre extraite des feuilles d'une plante appelée l'Agave constituée par une rosette de grandes feuilles à section triangulaire allant jusqu'à 2m de long (**Figure I.4**). L'originaire de l'est du Mexique, cette fibre sert à la fabrication de cordage, de tissus grossiers et de tapis.



**Figure I.4** : Le sisal [8]

### I.2.4. Fibres d'Alfa

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert, là où l'Alfa s'arrête (**Figure I.5**). La fibre d'alfa est généralement employée dans la fabrication du papier de haute qualité mais aussi utilisée pour la fabrication de cordages, d'espadrilles, de tissus grossier, tapis et panier. Les principaux producteurs sont : Algérie (4.000.000 ha), Maroc (3.186.000 ha), Tunisie (600.000 ha), Lybie (350.000 ha) et Espagne (300.000 ha) [9].



**Figure I.5** : l'Alfa [10, 11]

### I.2.5. Fibres de lin

Le lin est une plante cultivée dans les régions tempérées. Il se présente sous l'aspect d'une tige unique pouvant atteindre une hauteur voisine de 1m pour un diamètre au collet de l'ordre de 2 mm. Sur cette tige se répartissent 80 à 100 feuilles simples. La fibre de lin est la plus ancienne au monde, elle est trouvée dans la grotte de Géorgie, les pays asiatique centrale et l'Egypt. (Figure I.6)

La fibre de lin est parmi l'une les fibres naturelles utilisée comme renfort dans les composites à matrice thermoplastiques pour les structures internes dans l'industrie automobile. En 1941, ces composites ont été utilisés pour fabriquer les carrosseries de voitures Henry Ford, pour avoir une résistance 10 fois plus élevée que l'acier sous l'impact [4].



Figure I.6 : Le lin [12]

### I.2.6. Fibres de ramie

Le nom scientifique de la Ramie est *Boehmeria nivea*. C'est une plante vivace herbacée de 1m à 2,5 m de haut, avec des feuilles de forme de cœur, de 7 à 15 cm de longueur et de 6 à 12 cm de large et de couleur blanches sur la face inférieure avec des petits poils denses.

Aujourd'hui, la ramie est principalement cultivée en Chine, Brésil, Philippines, Inde, Corée du Sud, Thaïlande et États-Unis d'Amérique.

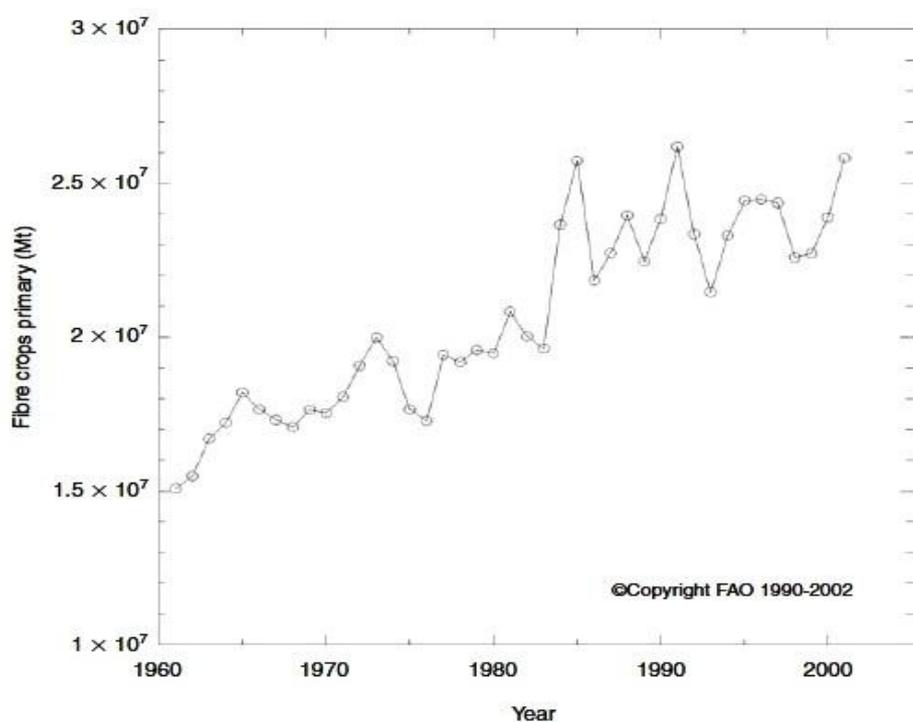
Les fibres de ramie ont une longueur moyenne comprise entre 40 et 250 mm, un diamètre moyen de 45µm. Ces fibres sont utilisées comme renforts dans les composites à matrice polyester, époxy et polypropylène.



**Figure I.7** : La ramie [13]

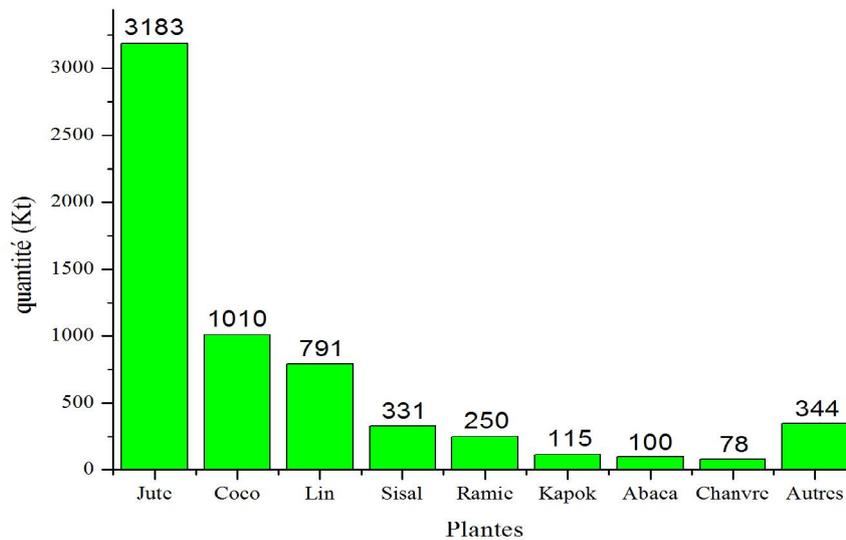
### I.2.7. Production et disponibilité des fibres végétales [14, 15]

La **Figure I.8** représente la tendance de la production de cultures de fibres végétales dans le monde pour toutes les applications industrielles au cours du deuxième moitié du siècle dernières.



**Figure I.8** : Cultures mondiales de fibres primaires pendant les dernières décennies [15]

Cette production mondiale annuelle de fibres végétales est estimée entre les années 2001 à 2008 à 6200Kt hors coton (22600Kt) et bois.



**Figure I.9** : Production mondiale de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008) [14]

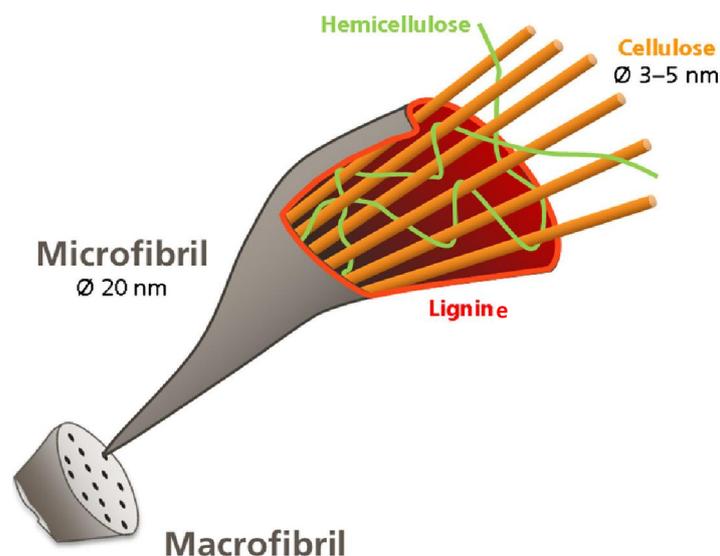
La moitié du gisement mondial (hors coton et bois) est issue de la culture du jute et de ses fibres apparentées et analogues. L'industrie du jute emploie directement et indirectement 11 millions de personnes à travers le monde.

Les fibres les plus représentées ensuite sont le coco et le lin avec respectivement 16 et 13% de la production mondiale. Il existe également de nombreuses espèces végétales dont il est possible d'extraire des fibres soit des tiges (chanvre, ramie, kenaf, bambou, ortie, miscanthus, etc.), soit des feuilles (sisal, abaca, etc.) ou soit des graines (kapok, etc.) [14].

### I.3. Structure d'une fibre végétale

Les charges à base de cellulose sont des matériaux simples, chimiquement et physiquement. Si l'on ignore l'eau absorbée, les principaux constituants des renforts à base de cellulose se composent de trois types de produit chimiques : environ la moitié de celle-ci est la cellulose et environ un quart de celle-ci est l'hémicelluloses et la lignine. Elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques en faibles proportions [16].

Les constituants majoritaires des fibres lignocellulosiques déshydratées sont la cellulose, les hémicelluloses et les lignines (**Figure I.10**).



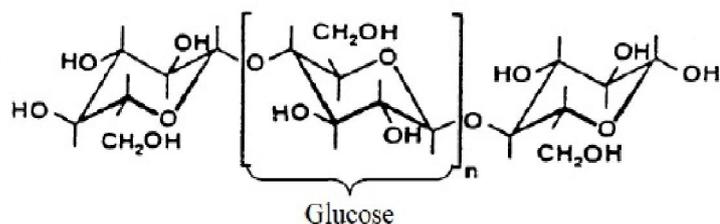
**Figure I.10** : Structure schématique d'une fibre végétale [17].

### I.3.1. La cellulose

L'existence de la cellulose comme matériau commun dans les parois cellulaires végétales était d'abord découverte par Anselm Payen en 1838 [15]. La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. D'un point de vue chimique, la cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréo-régulière composée de maillons de glucose  $C_6H_{12}O_6$  (Figure I.11).

La cellulose possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline. Les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées.

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile [16].

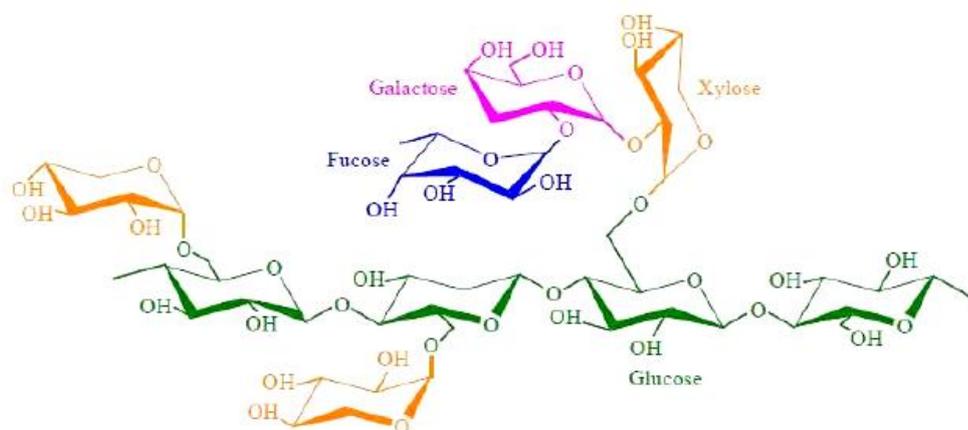


**Figure I.11** : Molécule de la cellulose [18]

### I.3.2. Les hémicelluloses

Dans la plupart des fibres naturelles, la cellulose est mélangée à des hémicelluloses qui sont également des polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones (**Figure I.12**).

L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4-  $\beta$  D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevé. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [16, 18].

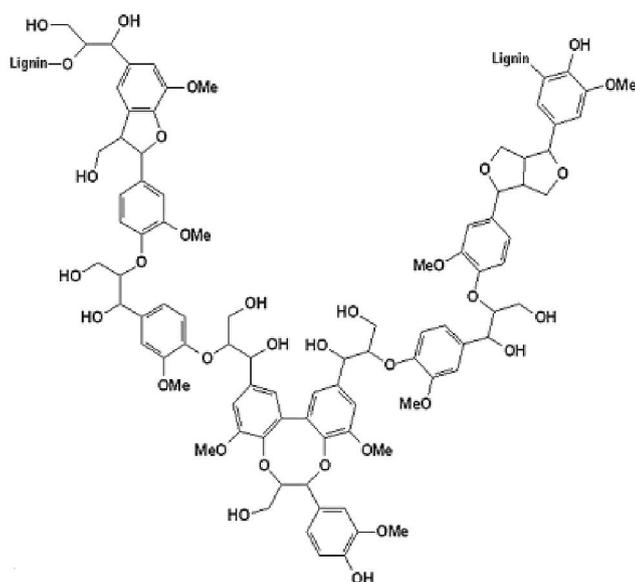


**Figure I.12**: Structure d'un type de xyloglucane [19]

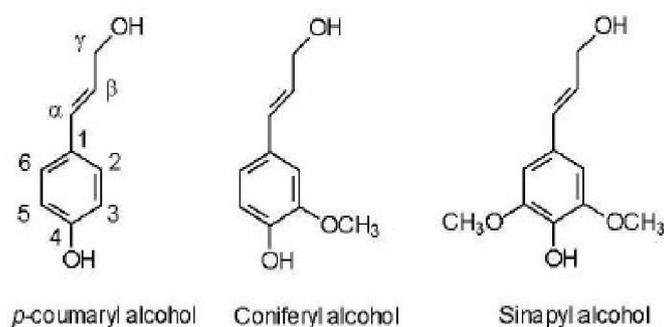
### I.3.3. Les lignines

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aromatiques. Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. La lignine est une molécule à trois dimensions composée d'unités de phényle propane (**Figure I.13**). Les unités primaires (monolignols) constituant la lignine sont l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool *p*-coumarylique (**Figure I.14**). Au cours du processus de lignification, des phénoloxydases végétales telles que les laccases interviennent et permettent la polymérisation des différentes unités élémentaires. Une fois synthétisée, la lignine s'associe avec les différents polysaccharides pour former une matrice constitutive de la paroi végétale [18, 20].

La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol [18].



**Figure I.13** : Représentation schématique de la lignine [18]



**Figure I.14** : Structure des précurseurs de la lignine [18]

Le **Tableau I.1** présente La composition chimique de certaines fibres végétales.

<b>Fibres</b>	<b>Celluloses (wt%)</b>	<b>Hémicelluloses (wt%)</b>	<b>Lignines (wt%)</b>	<b>Pectines (wt%)</b>	<b>Réf</b>
Lin	60-81	14-18.6	2-3	1.8-2.3	
Jute	51-72	12-20.4	5-13	0.2	
Sisal	43-88	10-12	4-12	0.8-2	
Chanvre	70-78	17.9-22	3.7-5	0.9	
Kenaf	36	21	18	2	[15]
Ramie	68.6-76	13.1-15.0	0.6-1	1.9-2	
Coton	82.7-90	2-5.7	0.5-1	5.7	
Bois	45-50	23	27	-	
Palmier dattier	41-45	6-10	30-40	-	[21]

**Tableau I.1** : Composition chimique de certaines fibres végétales

#### I.4. Méthodes d'extraction des fibres

Habituellement, pour un usage de renfort de matériau composite, les fibres végétales sont prélevées dans la chaîne de transformation de l'industrie textile. Cette filière a développé, depuis de très nombreuses années, des techniques pour séparer les fibres du reste de la plante. Les techniques utilisées pour séparer et présenter les fibres sont l'extraction mécanique, chimique et biologique [22].

### I.4.1. L'extraction mécanique [23]

#### a. teillage

Cette méthode consiste à séparer les fibres (tiges) par action mécanique tel que le Broyage et le battage, Cette technique est plutôt utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre. Elle est assurée par des machines automatisées qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines denture. Par la suite, les fibres 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.

#### b. déflexion

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage. Les machines appelées «raspadors» (grattoir en langue espagnole) 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 coté opposé. La poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot.

#### c. laminage

Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasées 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 suffisamment séparées.

### I.4.2. L'extraction chimique [23]

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques existent dans la bibliographie. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables. Dans cette section, nous présentons les principales méthodes d'extraction chimique des fibres végétales.

#### a. Procédé Kraft

Ce procédé alcalin vise 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 (Na<sub>2</sub>S). 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.

**b. Procédé au bisulfite**

Ce procédé 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 ( $\text{SO}_3^{2-}$ ) ou bisulfites ( $\text{HSO}_3^-$ ). Il est basé sur la réaction sur la lignine de l'hydrogénosulfite de calcium, sodium, ammonium ou magnésium contenant de l'anhydride sulfureux libre. Le pH est situé entre 1.5 et 5 (sulfites ou bisulfites), la durée est entre 4 et 14 heures et la température de  $130^\circ$  jusqu'à  $160^\circ\text{C}$  qui sont aussi en fonction de la base utilisée.

**c. Procédé acide**

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

**d. 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.

**I.4.3. L'extraction biologique [23]****a. Le rouissage à terre**

Le rouissage est un procédé naturel destiné à favoriser l'extraction des fibres. Il consiste à étaler les tiges (de lin par exemple) dans un champ après sa récolte, afin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie favorisant le développement de microorganismes capables de séparer les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante. Cette opération peut durer de 6 à 8 semaines en fonction de la météo. Malgré l'efficacité de cette méthode, elle connaît plusieurs inconvénients qui résident dans sa dépendance entière des conditions météorologiques (excès d'humidité, vent très fort). 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.

### **b. Le rouissage à l'eau**

Ce type de rouissage repose sur le même principe de développement de microorganismes que le rouissage à l'air, la différence est que les tiges (de chanvre par exemple) 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 inconvénient majeur : la pollution de l'eau. En effet, le rouissage du lin et du chanvre est très répandu au nord de l'Europe (France, Belgique, Pays Bas). 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.

### **c. Par action microbienne**

Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non celluliques 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.

## **I.5. Propriétés physico-mécaniques des fibres végétales**

Les fibres végétales sont d'une manière générale de bons renforts pour les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables à cause de leur résistance relativement grande et leur faible densité. Certaines caractéristiques des fibres de Chanvre et des fibres de Lin atteignent des valeurs très proches de celles des fibres de verre "E" (**Tableau I.2**) [24, 25].

Fibres	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)
Lin	1.4	88-1500	60-80	1.2-1.6
Chanvre	1.48	550-900	70	1.6
Jute	1.46	400-800	10-30	1.8
Ramie	1.5	500	44	2
Coir	1.25	220	6	15-25
Sisal	1.33	600-700	38	2-3
Abaca	1.5	980	-	-
Cotton	1.51	400	12	3-10
Kenaf (bast)	1.2	295	-	2.7-6.9
Banana	1.35	355	33.8	53
Coco	1,2	175	4,0-6,0	30,0
Verre-E	2,5	2000-3500	70,0	2,5
Verre-S	2,5	4570	86,0	2,8
Aramide	1,4	3000-3150	63,0-67,0	3,3-3,7

**Tableau I.2** : Propriétés physico-mécaniques des fibres végétales comparées aux renforts synthétiques [24, 25].

### I.6. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres lignocellulosiques ont un avantage par rapport aux fibres synthétiques, puisqu'elles forment des boucles au lieu de se rompre au cours de leur transformation et de leur fabrication. En outre, la cellulose possède une section transversale ovale aplatie qui augmente le transfert de charge en présentant un rapport d'aspect effectivement plus élevé [26].

Le **Tableau I.3** présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort dans les composites.

Avantages	inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Biodégradable (pour l'environnement)	Biodégradabilité (pour le matériau)
Resource renouvelable	Fibres anisotropes
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)	Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock
Demande peu d'énergie pour la production	Faibles stabilité dimensionnelle
Non abrasif pour les outillages	Faible tenue thermique (200 à 300°C max)
Bon isolant thermique et acoustique	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions
Neutre pour l'émission de CO <sub>2</sub>	Météorologiques
Pas de résidus après incinération	Renfort discontinu
Pas d'irritation cutanée lors de la Manipulation des fibres	

**Tableau I.3** : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [4, 27]

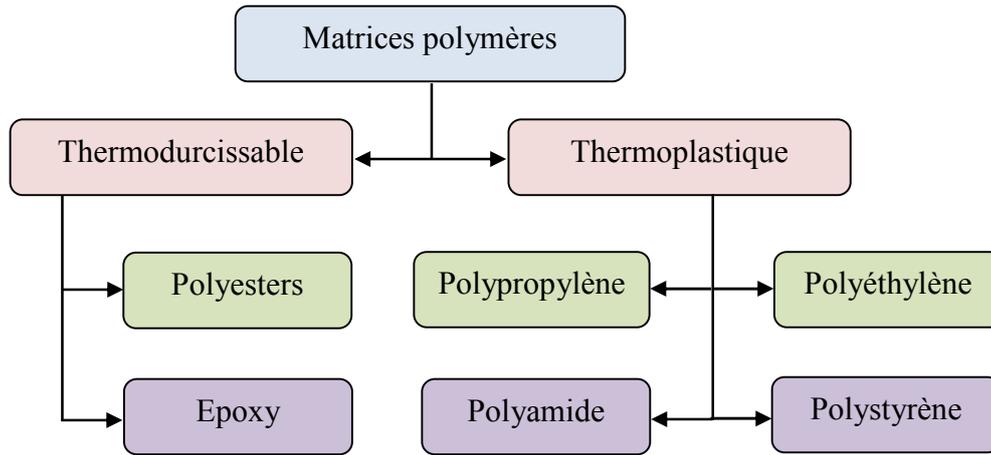
### I.7. Les matrices polymères [28, 29]

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymérique.

Le rôle de la matrice est de transmettre les efforts mécaniques aux fibres et d'assurer leurs protections chimiques et de donner la forme au produit final.

La matrice détermine en général la limite de l'environnement de service du matériau et la température d'utilisation de ce matériau.

On énumère un grand type de polymère pour servir de matrice aux matériaux composites (**Figure I.15**).



**Figure I.15 :** Types de matrice polymérique

### I.7.1. Résines thermodurcissables [28]

Ces matrices se présentent sous forme d'une résine initialement à l'état de liquide visqueux, composée de molécules longues et indépendantes. Ces molécules établissent alors des liaisons. Grâce à des réactions déclenchées le plus souvent par l'action conjointe d'un durcisseur et de la température. Il se forme ainsi une structure solide tridimensionnelle.

Les résines polyesters insaturées, les résine de condensation (phénoliques, amioplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. Les deux principales résines utilisées sont les polyesters (environ 70%) et les époxy (25%).

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées, on trouve les époxydes possédant de bonnes propriétés thermomécaniques, et une bonne adhésion avec la fibre. Ces résines sont les plus utilisées pour la fabrication de structures aéronautiques.

Les principales caractéristiques sont présentées dans le **Tableau I.4**.

Résines	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)
Polyesters	1.2	80	4	2.5
Epoxy	1.1-1.5	130	4.5	2

**Tableau I.4 :** Caractéristiques des résines thermodurcissables [30]

### I.7.2. Résines thermoplastiques [16, 28]

Ce sont des matériaux semi-cristallins comportant une phase amorphe et une phase semicristalline. Les principales familles de thermoplastiques sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les polystyrènes, et les polyamides.

Les composites à matrice thermoplastique occupent une place de plus en plus importante dans de nombreux secteurs (automobile, emballage). En effet, ils possèdent de nombreux avantages par rapport à leurs homologues thermodurcissables notamment une meilleure tenue au choc, ainsi qu'une bonne résistance à l'endommagement. Les thermoplastiques peuvent être refondus et ainsi être réellement recyclés et non simplement valorisés thermiquement.

Les matrices thermoplastiques à macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées sont les plus utilisées compte tenu de leur facilité de mise en œuvre et de leur faible coût. De même que pour les résines thermodurcissables, les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible.

Les principales caractéristiques sont présentées dans le **Tableau I.5**.

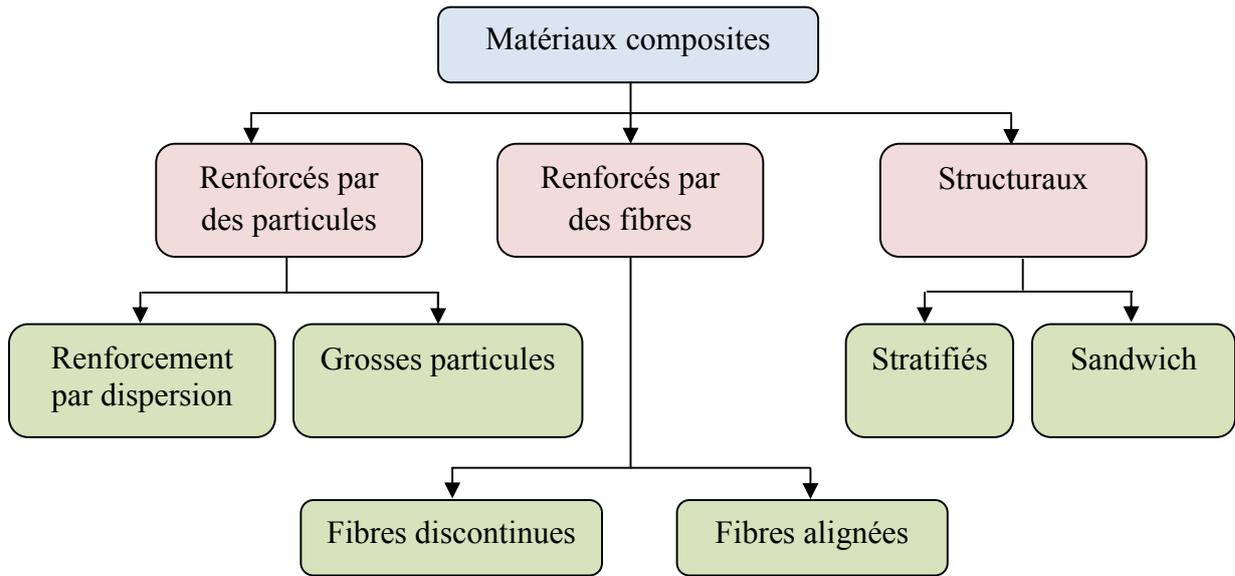
Résines	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)
Polypropylène	0.9	30	1.2	20-400
Polyamide	1.1	70	2	200

**Tableau I.5** : Caractéristiques des résines thermoplastiques [30]

### I.8. Les composites

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, le produit fini ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements des fibres ou des renforts noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible [26].

L'association de ces matériaux élémentaires (renforts et matrices) aux caractéristiques complémentaires permet de conférer au matériau composite un ensemble original de propriétés à l'échelle macroscopique. La **Figure I.16** présente une classification schématique des matériaux composites [16].



**Figure I.16:** Classification schématique des différents types de composites [16]

### I.8.1. Procédés de fabrication des composites [16]

Les techniques plasturgistes sont les plus fréquemment utilisées dans la mise en forme des matériaux composites. Elles ont pour point commun la réalisation du mélange des matières premières à une température correspondant à une phase ramollie des plastiques. Ce mélange à chaud (melt-blending) est obtenu de plusieurs manières et conduit à différents modes de fabrication.

Parmi ces procédés de mise en œuvre, on distingue:

- Le moulage au contact
- Le moulage par compression de mat préimprégné (SMC)
- Le moulage par injection de compound (BMC)
- Le moulage par injection basse pression de résine (RTM)

L'utilisation d'un dispositif de mélange thermocinétique permet de réaliser un mélange homogène à haute température. Une fois celui-ci réalisé, il est possible de fabriquer le produit par thermoformage (moulage sous compression/injection/extrusion). Il est important de noter que les paramètres de fabrication comme la vitesse de rotation du mélangeur, la température, le temps et l'humidité influencent les propriétés du composite produit.

L'extrusion d'un mélange de fibres cellulosiques et d'un thermoplastique est une technique qui permet la réalisation complète du composite. Les fibres sont incorporées au

thermoplastique fondu à l'aide d'un système de vis. L'ensemble ressort de l'extrudeuse sous la forme d'un profilé.

L'injection ou procédé RTM « Resin Transfer Moulding » est une autre façon de produire des composites. Le fait qu'il soit question d'un moulage nécessite l'utilisation de fibres plus longues et généralement implique que la matrice soit de nature thermodurcissable.

### I.8.2. Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales

Depuis les années 1980, de nombreux travaux concernent les composites renforcés par des biofibres (des fibres végétales, par exemple) et d'un polymère, pour réaliser des pièces mécaniques. Les fibres se présentent soit en fibres courtes de longueur calibrée, soit sous forme de nappes (unidirectionnel, mat et tissu). Les polymères renforcés par des fibres végétales présentent des propriétés mécaniques spécifiques importantes (au moins pour certaines d'entre elles) et de nombreux atouts si on s'intéresse aux impacts environnementaux.

Les propriétés mécaniques du composite renforcé par différents fibres végétales sont regroupées dans le **Tableau I.6** ci-dessous :

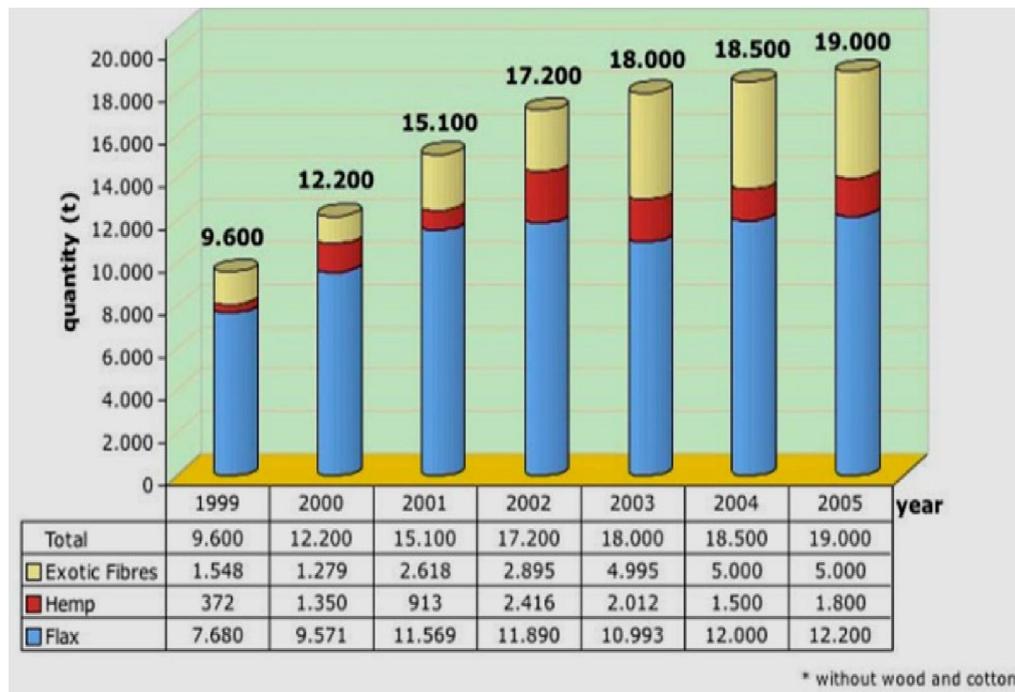
Composites	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)	Références
Polypropylène /Chanvre	37.8	1.215	5.21	[26]
Epoxy/Chanvre	106.3	12.69	1.18	[31]
Epoxy/Lin	153.6	15.97	1.34	
Polypropylène / Tournesol	51.5 ± 2.1	1.57 ± 0.09	-	[32]
Epoxy/Jute	83.9±5.25	3.24±0.3	-	[33]
Polyester/Jute	13.73±4.34	47.27±3.53	5.57±1.83	[34]
Polypropylène/Sisal	44.40	1.040	8.33	
Polystyrène/Sisal	45.06	9.998	7.00	[35]
Polyéthylène/Sisal	31.12	3.086	2.00	

**Tableau I.6** : Caractéristiques mécaniques des composites renforcés par des fibres végétales

### I.8.3. Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales

Les polymères synthétiques sont considérés comme des matériaux abusifs pour l'environnement à côté de leur coût élevé. L'utilisation importante de ces polymères dans différents secteurs conduit à des problèmes d'élimination enfin de vie.

Les matériaux à base d'agrocultures tels que les fibres végétales et les polymères naturels deviennent une alternative compétitive, en particulier après l'approbation des lois pour la réduction de l'utilisation de matériaux nocifs pour l'environnement. Ceci a obligé donc de nombreuses grandes entreprises de plastiques des États-Unis et d'autres pays européens à être à l'avant-garde dans le développement de matériaux biodégradables à partir de matériaux naturels [36]. Par exemple, l'utilisation de fibres naturelles dans la production automobile allemande est passée de 9 600 tonnes en 1999 à 19 000 tonnes en 2005 sans le bois et le coton (Figure I.17) [37].



**Figure I.17** : Utilisation de fibres naturelles dans l'industrie automobile allemande de 1999 à 2005 [37].

Les fibres naturelles ont été utilisées dans une large gamme de produits composites avec des polymères synthétiques conventionnels. Certains des produits fabriqués en utilisant des fibres naturelles telles que le lin, le chanvre, le sisal et le jute sont utilisés dans diverses pièces automobiles (Figure I.18) [25].

D'autres applications dans les industries du bâtiment, ont montré que les bonnes propriétés des éléments à paroi mince tels que la haute résistance à la traction et à la compression. Les composite renforcé de fibres de sisal, lui donner une large zone d'application, par exemple, les membres du bâtiment structurel, permanent coffrage, réservoirs, façades, éléments de toiture à longue portée et tuyaux de renforcement des structures existantes (**Figure I.19**) [35].



**Figure I.18:** Composants d'automobile en composites de fibres végétales [25]



**Figure I.19:** Composants du bâtiment en composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales [35]

D'autre application concerne les éoliennes verticales de nouvelle génération (**Figure I.20**), qui sont en phase de test, sont destinées notamment à alimenter les systèmes d'éclairage public, par l'intégration de renforts fibres de lin. Dans ce cas, les pales exigent une résistance efficace du matériau : outre leur faible densité, les renforts de fibres de lin offrent une rigidité convenable [38].



**Figure I.20:** Eolienne verticale en composites renforcés de fibres de Lin [38]

### I.9. Synthèse

Dans ce chapitre, nous avons présenté une synthèse bibliographique concernant les fibres naturelles de nature végétale. Cette présentation servira à savoir les différents types des fibres végétales, leurs structures et leur composition chimique. D'après cette étude, les caractéristiques physico-chimiques de différents types des fibres végétales vont influencer de manière importante leurs propriétés macroscopiques. Il est très important de prendre en compte ces propriétés pour l'utilisation des matériaux composites biodégradable.

En effet, les matériaux composites renforcé par des fibres naturelles sont utilisés dans plusieurs domaines d'application, et leur utilisation est limitée par leurs propriétés d'où la nécessité de présenter une revue sur les propriétés des fibres végétales et leur caractérisation. Cette partie fait l'objet du chapitre suivant.

## Références

- [1] K. Charlet, C. Morvan, J. Bréard, J. Jernot, and M. Gomina, "Etude morphologique d'un composite naturel. La fibre de lin," *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 16, p. 11, 2006.
- [2] C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, and R. Santas, "Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production," *Industrial crops and products*, vol. 19, pp. 245-254, 2004.
- [3] M. Nardin, "Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites. Application aux fibres végétales," *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 16, p. 49, 2006.
- [4] A. Mokhtari, "Modélisation du comportement et de la rupture des composites à matrices thermoplastiques," Thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, 2016.
- [5] <http://www.jute.com/green-jute/agriculture-raw-jute>. (08/03/2018).
- [6] <http://www.exportasia.in/jute-fibre.htm>. (08/03/2018).
- [7] <https://www.forgottentribes.fr/blogs/lifestyle/le-chanvre-le-tissu-plus-ancien-au-monde-et-le-plus-ecologique>. (08/03/2018).
- [8] [http://kanirope.fr/index.php?cat=c3\\_Sisal--torsad--.html](http://kanirope.fr/index.php?cat=c3_Sisal--torsad--.html). (08/03/2018).
- [9] D. Hammiche, A. Boukerrou, H. Djidjelli, A. Kervoëlen, and Y. Grohens, "Étude des propriétés physico-chimiques, thermiques et mécaniques des fibres d'alfa," *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 25, pp. 7-24, 2015.
- [10] <https://sites.google.com/site/plantasensecunadria/actividades-con-flora-autoctona/esparto/lalfa-spart-ou-sparte>. (08/03/2018).
- [11] <http://cerig.pagora.grenoble-inp.fr/histoire-metiers/fibre-pate/page07.htm>. (08/03/2018).
- [12] <http://cerig.pagora.grenoble-inp.fr/memoire/2016/miscanthus-composite.htm>. (08/03/2018).
- [13] <http://www.thefruitforest.com/fruits-vegetables-and-herbs/ramie/>. (08/03/2018).
- [14] C. Meirhaeghe, "Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France," *Fibres recherche développement, ADEME*, 2011.
- [15] J. Biagiotti, D. Puglia, and J. M. Kenny, "A review on natural fibre-based composites-part I: structure, processing and properties of vegetable fibres," *Journal of Natural Fibers*, vol. 1, pp. 37-68, 2004.
- [16] M. Ragoubi, "Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne," Thèse de doctorat, Nancy 1, 2010.
- [17] C. Álvarez, F. M. Reyes-Sosa, and B. Díez, "Enzymatic hydrolysis of biomass from wood," *Microbial biotechnology*, vol. 9, pp. 149-156, 2016.
- [18] H. Ville, "Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non," Thèse de doctorat, Ecole des Mines d'Alès, 2011.
- [19] D. Sedan, "Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite," Thèse de doctorat, Limoges, 2007.
- [20] E. 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, Aix-Marseille 3, 2007.
- [21] A. Kriker, "Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec," Thèse de doctorat, Ecole Nationale Polytechnique Alger, 2005.
- [22] C. BALEY, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*: Ed. Techniques Ingénieur. Matériaux fonctionfonctionnels, N° N2220., 2005.

- [23] M. Dallel, "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, 2012.
- [24] R. Ntenga, "Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites," Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II; Université de Yaoundé, 2007.
- [25] L. Mohammed, M. N. Ansari, G. Pua, M. Jawaid, and M. S. Islam, "A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications," *International Journal of Polymer Science*, vol. 2015, 2015.
- [26] A. Elouaer, "Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales," Thèse de doctorat, Reims, France, 2011.
- [27] A. Bledzki and J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," *Progress in polymer science*, vol. 24, pp. 221-274, 1999.
- [28] F. M. L. Rekbj, "Contribution à l'analyse de l'endommagement des matériaux composites," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 2016.
- [29] R. Boubeker, "Etude Expérimentale et Numérique du Comportement des Plaques Trouées en Matériaux Composites," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 2016.
- [30] H. Djemai, "Contribution à l'étude de l'endommagement dans les matériaux composites sandwichs," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 2017.
- [31] L. Toubal and G. Lebrun, "Nouvelle méthode de fabrication des composites à fibres naturelles: Contribution d'une couche de papier à minimiser la disparité des propriétés mécaniques," in *17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, 2011, p. 67.
- [32] G. Sui, M. Fuqua, C. Ulven, and W. Zhong, "A plant fiber reinforced polymer composite prepared by a twin-screw extruder," *Bioresource Technology*, vol. 100, pp. 1246-1251, 2009.
- [33] A. Mir, R. Zitoune, F. Collombet, and B. Bezzazi, "Caractérisation mécanique et thermomécanique d'un stratifié Jute/époxy= Mechanical and thermomechanical characterization of jute/epoxy laminate," in *JNC 16*, 2009, p. 10.
- [34] Y. Djebbloun, M. Hecini, and F. Harbouche, "Caractérisation d'un Matériau bio-composite à renfort de Jute," in *Third International Conference on Energy, Materials, Applied Energetics and Pollution, ICEMAEP*, Université constantine, Algérie, 2016.
- [35] K. Joseph, R. D. Tolêdo Filho, B. James, S. Thomas, and L. H. d. Carvalho, "A review on sisal fiber reinforced polymer composites," *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, vol. 3, pp. 367-379, 1999.
- [36] K. G. Satyanarayana, G. G. Arizaga, and F. Wypych, "Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview," *Progress in polymer science*, vol. 34, pp. 982-1021, 2009.
- [37] M. Carus, S. Ortmann, C. Gahle, and C. Pendarovski, "Use of natural fibres in composites for the German automotive production from 1999 till 2005," *Nova-Institut, Hurth*, 2006.
- [38] <http://www.mastersoflinen.com/fre/technique/19-secteurs-d-application>. (08/03/2018).

# Chapiter II.

## Etude du Comportement d'une Fibre de Palmier Dattier

### *Sommaire*

---

	<b>Introduction.....</b>	33
<b>II.1</b>	<b>Généralités sur le palmier dattier.....</b>	33
I.1.1	Le tronc.....	34
I.1.2	La couronne.....	34
I.1.3	La palme.....	34
I.1.4	Le grappe.....	35
<b>II.2</b>	<b>Fibres de palmier dattier.....</b>	35
<b>II.3</b>	<b>Déchet de palmier dattier.....</b>	35
<b>II.4</b>	<b>Synthèse des travaux sur le palmier dattier.....</b>	37
<b>II.5</b>	<b>Protocole expérimental.....</b>	38
II.5.1	Matériau utilisé.....	38
II.5.2	Caractérisation physique du Lif.....	40
II.5.2.1	Etude morphologique.....	40
II.5.2.2	Détermination de la masse volumique.....	40
II.5.2.3	Méthode de diffraction des rayons X (DRX).....	41
II.5.3	Caractérisation mécanique de la fibre de palmier dattier "Lif".....	41
II.5.3.1	Essai de traction.....	41
II.5.3.2	Essai de torsion.....	43
<b>II.6</b>	<b>Résultats et discussions.....</b>	45
II.6.1	Caractérisation morphologique de la fibre de palmier dattier.....	45
II.6.2	La masse volumique de la fibre de palmier dattier.....	46
II.6.3	Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	47
II.6.4	Essai de traction.....	48
II.6.5	Essai de torsion.....	51
<b>II.7</b>	<b>Synthèse.....</b>	54
	<b>Références.....</b>	55

---

## Introduction

Dans ce chapitre, on présente une étude de caractérisation d'une fibre végétale locale du palmier dattier située autour du tronc appelée "Lif". La première partie est consacrée à une revue bibliographique sur le palmier dattier, qui concerne l'étude morphologique, les fibres et les variétés de palmier, les sous produits et des travaux réalisés dans la littérature sur le palmier dattier. Dans la deuxième partie, on présente les méthodes et les résultats de la caractérisation physico-mécanique de cette fibre. Il s'agit d'une étude morphologique, une analyse par DRX, la détermination de la masse volumique, des modules d'élasticité et le coefficient de Poisson.

### II.1. Généralités sur le palmier dattier

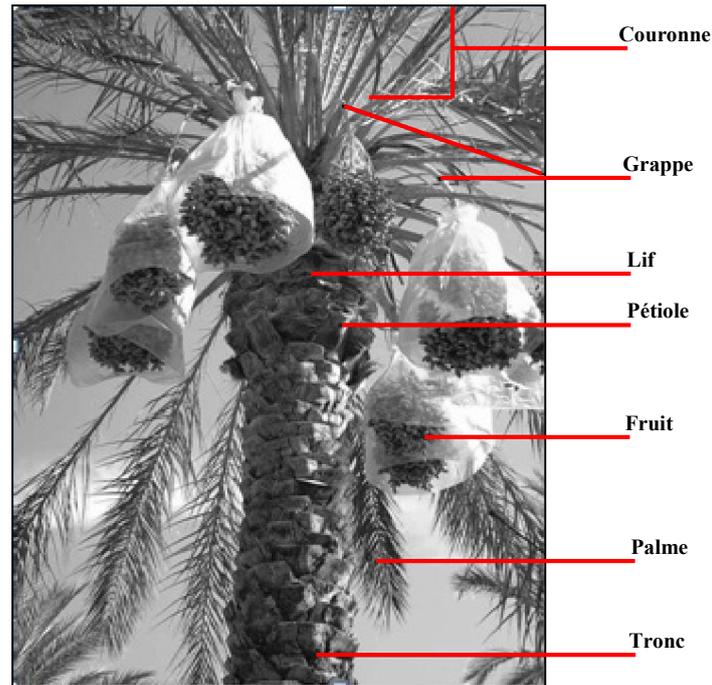
Le palmier dattier *Phoenix dactylifera* est l'un des arbres fruitiers le plus anciennement cultivé dans le monde. Il est rustique s'adaptant aux régions les plus arides du monde et constitue la principale source de vie de la population saharienne. Cette espèce se trouve principalement dans la région afro-asiatique. Les statistiques de l'année 2012 montrent que seulement en Algérie il y'a environ 18 millions palmiers dattier de différentes variétés (**Tableau II.1**) [1].

	Deglet Nour (Dattes fines)	Elghers (Dattes molles)	Degla Beida (Dattes blanche)	Superficie occupée (ha)
Nombre d'arbre	6 998 143	2 795 995	8 407 502	
Total en Algérie		18 201 640		163 985

**Tableau II.1** : Superficie et nombre de palmiers complantés [2]

Le palmier dattier est une composante essentielle de l'écosystème oasien grâce à son adaptation aux conditions climatiques, sa haute valeur nutritive de ses fruits et ses multiples utilisations de ses produits. Le Phoenix est une plante dioïque, avec deux organismes mâles et femelles.

Dans certains ouvrages le palmier est considéré comme une herbe géante. Son hauteur varie de 20 à 30m, avec un tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles (les palmes). Les feuilles sont pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7m. Il porte des inflorescences mâles ou femelles. Les fruits du palmier (dattes) sont portés par les grappes (**Figure II.1**) [3].



**Figure II.1** : Schéma de palmier dattier [4]

### II.1.1. Le tronc

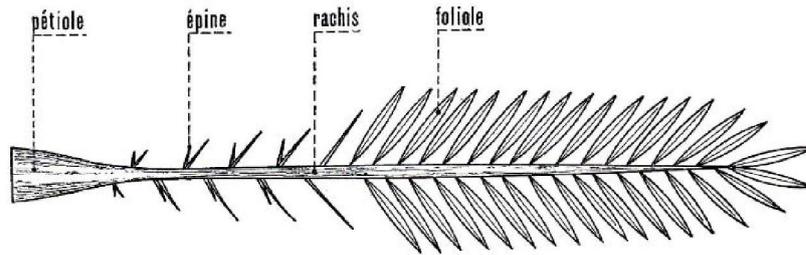
Le tronc, appelé le *stipe*, est la tige robuste du palmier. Il se présente sous forme d'une colonne cylindrique unique sans branche avec un diamètre légèrement variable selon les conditions climatiques [5]. Le tronc est couverte par des anciens pétioles. Les fibres des pétioles ne forment pas un tissu comme dans le bois ordinaire. Ce tissu présente des couches assez semblables à des toiles d'araignées.

### II.1.2. La couronne

Toutes les palmes vertes sont appelées couronne. Chez un palmier dattier mature, on peut trouver 50 à 200 palmes. Ces dernières sont reproduites par le bourgeon terminal ou *Phyllophore* [6].

### II.1.3. La palme

Les palmes appelées localement *Djérid* sont les feuilles du palmier constituées de rachis le long duquel sont déposés des folioles (**Figure II.2**). Elles sont longues de 4 à 7 mètres [5]. Chaque année, le palmier dattier produit un ensemble de palmes par le mouvement de bourgeon et débarrasse un nombre similaire de palmes par dessèchement [6]. L'ensemble des feuilles au sommet du stipe est appelé couronne ; elle peut faire de 6 à 10 mètres d'envergure [5].



**Figure II.2:** Schéma d'une palme de palmier dattier [6].

#### II.1.4. Le grappe

Le grappe, appelée régime de dattes, est la partie qui supporte les fruits du palmier. On parle aussi de régime pour les bananes. Il est accroché au palmier par la hampe, qui est d'ailleurs tellement résistante qu'elle doit être sciée pour être décrochée. Il peut contenir plus de 1000 fruits [6].

#### II.2. Fibres de palmier dattier

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant cinq types de fibre [7]:

- fibres de bois de tronc ;
- fibres de feuilles au niveau des rachis (fibre de foliole);
- fibres de tige du grappe ;
- fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole) ;
- fibres de Lif (bourre fibreuse entre les pétioles et le tronc).

#### II.3. Déchet du palmier dattier

Nous comptons d'environ 100 millions de palmier dattier dans le monde [6, 7]. Les palmes sèches et fraîches sont découpées chaque année. Une estimation annuelle des palmes découpées est évaluée à 1 130 000 tonnes [6].

La partie consommable des palmes sèches est évaluée environ de 135 103 tonnes de palmes sèches / an, on estime aussi que les pédicelles de dattes est l'environ 5 103 tonnes de pédicelles / an, avec 67500 tonnes de déchets de dattes [6].

Le **Tableau II.2** présente le déchet d'entretien annuel et pendant de la récolte.

Déchet	Utilisation
Tronc d'arbre	utilisé dans l'ébénisterie traditionnelle, bois de chauffage et charpentes de maison
Palmes sèches	utilisées comme clôtures, brises vent, dans la confection de couffins, de chapeau; etc., ils peuvent même servir en industrie de papier
Les régimes de dattes	comme balais traditionnels, et comme combustibles
Le Lif	confection des semelles de sandales, des cordes et des filets....
Les déchets des dattes	dans l'alimentation du bétail et Café

**Tableau II.2** : Utilisation de déchet du palmier dattier

La **Figure II.3** montre quelques applications traditionnelles de déchet de palmier dattier.



**a.** Corde en Lif



**b.** Café de noyau de datte



**c.** Charpentes de maison en stipe



**d.** Clôtures en palmes

**Figure II.3** : Quelques applications des déchets de palmier dattier

#### II.4. Synthèse des travaux sur le palmier dattier

Les déchets de palmier dattier a déjà fait l'objet de nombreuses études permettant de déterminer ses propriétés mécaniques, thermiques et leur structure physico-chimique. Les travaux exploitent la possibilité de l'incorporation de ces déchets dans des différentes matrices afin d'obtenir des bio-composites adaptés aux applications de construction et de l'isolation favorable à l'environnement. La majorité de ces travaux ont porté sur la caractérisation mécanique.

**H.H. Abdel-Rahman et al. [8]** ont déterminé expérimentalement les propriétés mécaniques des tiges de palmes de palmier dattier (rachis). Les résultats des essais montrent que la résistance à la traction de la paroi de tige est comprise entre 116 à 208 N/mm<sup>2</sup>, alors que les propriétés de cœur de rachis est proche de la moitié de ces valeurs. Le module d'élasticité des tiges se situe entre 10 à 30 KN/mm<sup>2</sup>.

**Ahmad Alawar et al. [9]** ont étudié l'effet du traitement chimique avec différentes concentrations d'alcalin (0,5%, 1%, 1,5%, 2,5% et 5%) et un traitement acide avec 0,3, 0,9 et 1,6 N sur la fibre de surface de tronc (Lif). Tous les traitements ont été effectués à 100 °C pendant 1h. Différentes techniques expérimentales telles que la morphologie de surface, l'analyse par gravimétrie thermique (TGA), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), les essais mécaniques et l'analyse chimique du Lif, ont montré que l'échantillon traité avec 1% d'alcalin a une propriété mécanique optimale. Le traitement à l'acide chlorhydrique a entraîné une détérioration des propriétés mécaniques.

**A. Kriker et al. [10]** ont examinés les fibres de surface de palmier dattier (Lif) extraites de quatre variétés du palmier dattier. Leurs propriétés mécaniques et physiques sont déterminées en fonction du durcissement dans l'eau et dans un climat chaud et sec. Les résultats trouvés sont représentés dans le **Tableau II.3**.

Variété	sec			humides		
	Résistance à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module d'élasticité (GPa)
Dokar	290±20	11±2	5.2±3	300±20	12±2	3.55±2
Elgers	88.75±20	11.1±2.5	3.5±1.2	90.10±18	12±3	3.10±1.5
Deglet-Nour	72.34±18	8.7±2.2	3.15±1.5	74.34±1.5	9.5±2.5	2.3±2
Degla-Bida	71.15±16	7.5±2.3	2.5±1	73.19±13	8.5±2.7	2.10±1

**Tableau II.3:** Propriétés mécaniques de quelques variétés du Lif de palmier [10].

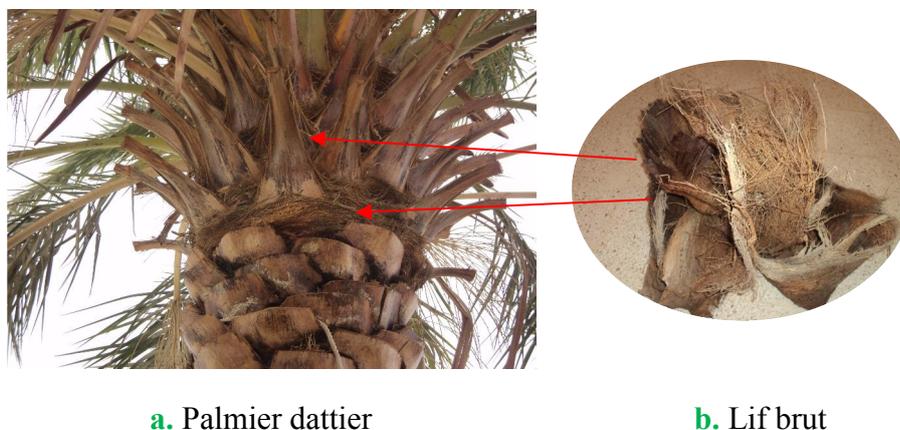
D'après le **Tableau II.3**, les fibres de Dokhar sont les plus résistantes et les plus allongeables. En outre, l'humidité augmente légèrement la résistance et l'allongement à la rupture des fibres. Par contre à l'état sec, les fibres ont un module d'élasticité légèrement supérieur à celui de l'état humide.

**Adil Sbiai [11]** a appliqué une méthode de modification de la cellulose par oxydation TEMPO aux fibres lignocellulosiques de la foliole du palmier dattier. Les résultats de la composition chimique ont révélé que les fibres de la foliole du palmier dattier sont constituées majoritairement de cellulose, de lignine et d'hémicelluloses. Cette même analyse a révélé que la répartition des constituants de la fibre après oxydation au TEMPO est fortement modifiée comparativement avec la répartition des constituants de la fibre initiale non oxydée. Ceci résulte de la forte dégradation de la lignine dans le milieu d'oxydation fortement alcalin et d'une légère diminution du taux d'hémicelluloses. D'autre part, cette étude a montré un effet positif de l'oxydation sur le déroulement de l'injection par RTM (moulage par transfert de résine). Une meilleure mouillabilité du mat des fibres oxydées par la résine est à l'origine de l'amélioration du procédé.

## II.5. Protocole expérimental

### II.5.1. Matériau utilisé

Cette étude concerne le comportement mécanique de la fibre du palmier dattier qui constitue tissu entourant le tronc à l'encastrement de la palme. Cette fibre, appelée localement Lif a été récolté à la saison d'entretien de différents types de palmiers dattiers de la région de Biskra au sud est de l'Algérie. Le Lif d'une texture marron ou marron clair (**Figure II.4.b**) se trouve entre le Pétiole et le Tronc du palmier dattier (**Figure II.4.a**).

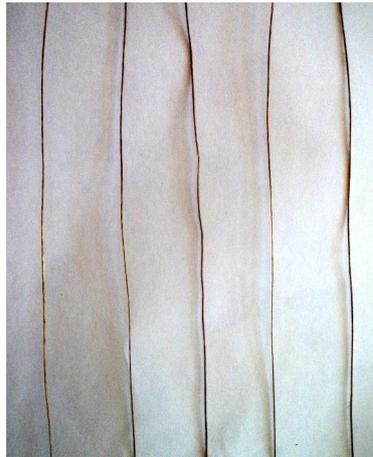


**Figure II 4** : Localisation des fibres de Lif dans le palmier dattier

Pour préparer les nobles fibres du Lif pour la caractérisation, la fibre brute a été séparée manuellement puis lavée à l'eau distillée et séchée à température ambiante (**Figure II.5 et II.6**).



**Figure II.5** : Séparation des fibres nobles du Lif



**Figure II.6** : Spécimens d'essai de traction de fibres du Lif

La fibre Lif étudiée est extraite de différentes variétés de palmiers dattier qui sont symbolisées de la manière suivante :

- DN : Palmier dattier de Deglet-Nour (dattes fines),
- DG : Palmier dattier d'Elghers (dattes molles),
- DB : Palmier dattier de Deglet- Beida (dattes blanches),
- MD : Palmier de Mech- Deglet (dattes seches),
- DO : Dhokar (palmier male).

## II.5.2. Caractérisation physique du Lif

### II.5.2.1. Etude morphologique

Pour l'ensemble des observations de la morphologie de la fibre du palmier dattier, le moyen utilisé est le microscope optique digital de type DigiBlue QX5 QSG (**Figure II.7**). Cet appareil est disponible au niveau du département de génie mécanique de l'université Biskra. Le microscope en question peut être connecté à un microordinateur via un port USB pour la prise de photos, il permet des agrandissements de 10 fois, 60 fois et 200 fois.



**Figure II.7:** Microscope optique digital (DigiBlue QX5 QSG)

### II.5.2.2. Détermination de la masse volumique

La masse volumique est définie comme le rapport de la masse des fibres à leur volume. Des fibres de Lif de 50 mm de longueur de chaque type de palmier dattier ont été pesées. Leur volume a été déterminé à partir de la variation du volume d'eau provoquée par le trempage des fibres (technique de déplacement de l'eau), selon ISO 10119: 2002.



**Figure II.8 :** Instruments de mesure de la masse volumique des fibres

### II.5.2.3. Méthode de diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est utilisée pour l'identification des phases d'un matériau cristallin. Cette méthode n'est applicable qu'à des matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux aux orientations non préférentielles (céramiques, roches, monocristaux et chaînes de polymères).

Cette étude a été faite dans une machine de type D8 ADVANCE du laboratoire des rayons X de la faculté des sciences et de la Technologie de l'université de Biskra. (**Figure II.9**). Dans notre cas, l'analyse par DRX a été réalisées sous vide à l'aide d'un système de diffractométrie X'Pert Pro (diffraction des rayons X sur poudre) avec une intensité monochromatique du rayonnement  $\text{CuK}\alpha$  du longueur d'onde de 0,154 nm enregistrée entre  $2\theta=10^\circ$  à  $80^\circ$ . La longueur de l'échantillon utilisé était de 35 mm exposé à la température ambiante. Le matériau de l'anode utilisé est le Cu et les réglages du générateur sont 40 mA et 40 Kv.



**Figure II.9** : Photographie de l'appareil de rayons X de type D8 ADVANCE

## II.5.3. Caractérisation mécanique de la fibre de palmier dattier "Lif"

### II.5.3.1. Essai de traction

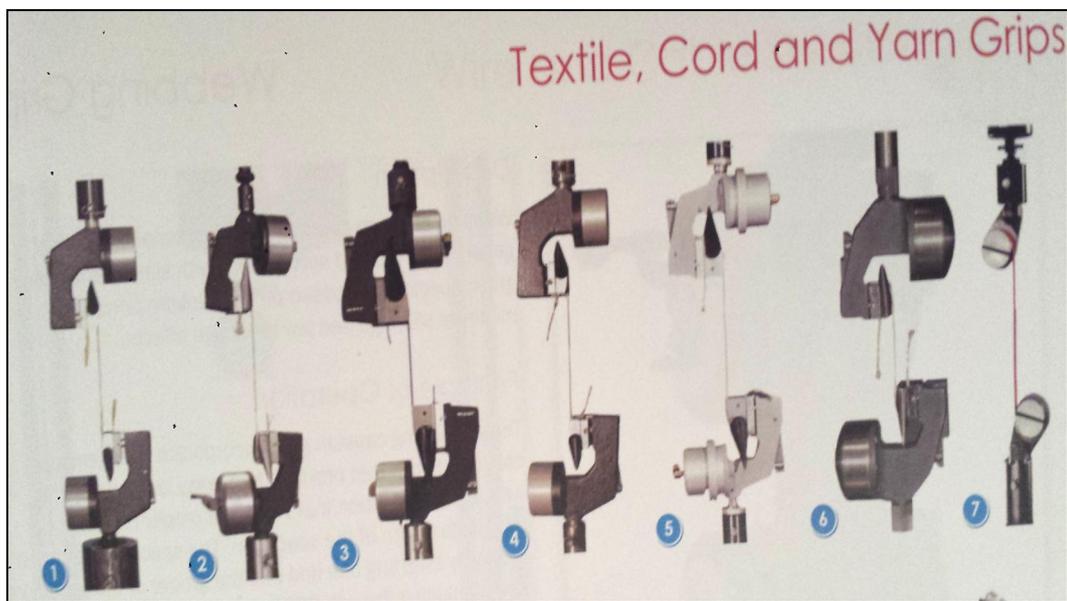
Cet essai permet de déterminer le module d'élasticité  $E$ , la contrainte à la rupture  $\sigma_r$  et les déformations à la rupture  $\epsilon_r$ .

Les fibres ont été soumises au test de traction sur une machine universelle de type Instron 5969 reliée à un ordinateur équipé du logiciel Bluehill 3. Les courbes charge-déplacement se sont obtenues en utilisant une cellule de force de 5 KN et une vitesse de

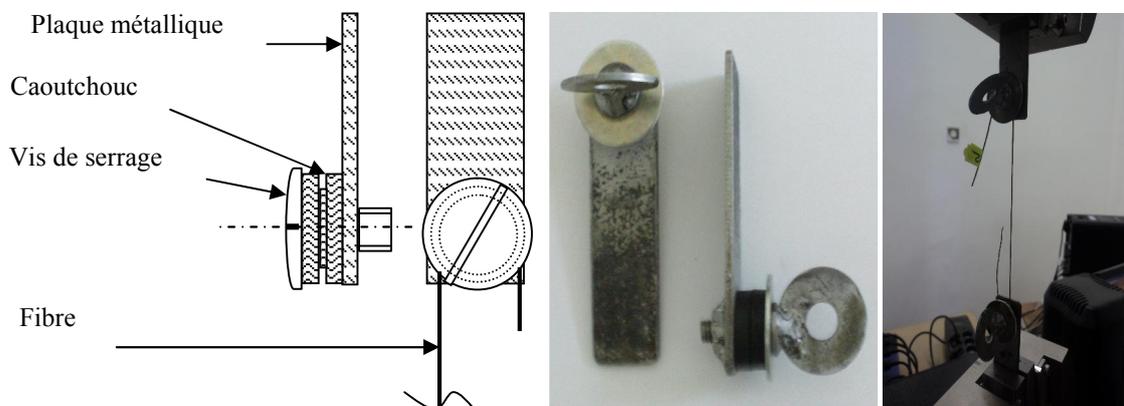
déplacement des mors de 2 mm/min. La détermination des propriétés mécaniques des fibres est réalisée selon la norme ASTM-D7269. Le module d'élasticité E correspond à la pente de la droite de la partie élastique linéaire de la courbe :

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad \text{II.1}$$

Au cours de l'essai de traction, les fibres subissent des glissements et d'écrasement sous l'action des forces de serrage au niveau des mâchoires à cause de leur forme. Pour remédier à ces problèmes, nous avons utilisé un dispositif de type 2714 (cordon pneumatique et poignée de fil) proposé par Instron (**Figure II.10 et II.11**).



**Figure II.10** : Cordon pneumatique et poignée de fil [12]



**Figure II.11** : Dispositif de fixation de la fibre du Lif par les mors

### II.5.3.2. Essai de torsion

Le but de cet essai est la détermination du coefficient de Poisson de la fibre du Lif. Les constantes mécaniques de Lamé  $\mu$  et  $\lambda$  sont définies en fonction du module d'élasticité  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  par les formules suivantes :

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad \text{II.2}$$

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad \text{II.3}$$

Le coefficient de Poisson sera alors donné par l'expression suivante:

$$\nu = \frac{E}{2\mu} - 1 \quad \text{II.4}$$

Le paramètre  $\mu$  se détermine par l'élasticité de torsion [13]; on a pour le couple de torsion  $\tau$  (par Radian):

$$\tau = \frac{\pi}{32} \mu \frac{D^4}{L} \quad \text{II.5}$$

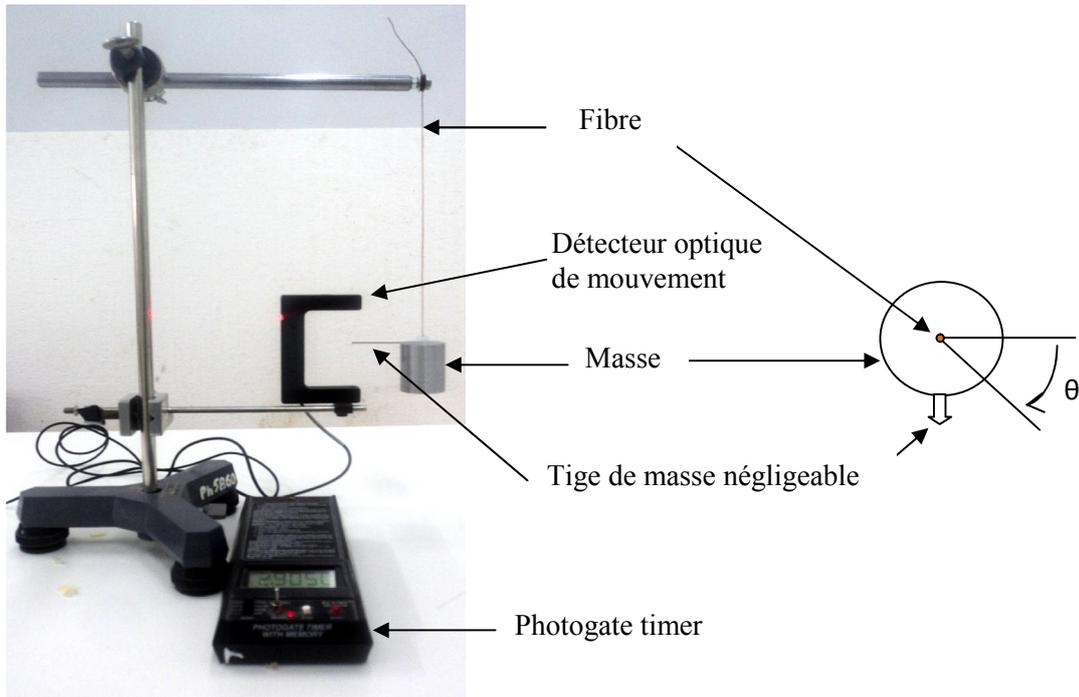
Où :

$D$  : le diamètre de la fibre ;

$L$  : la longueur de la fibre.

On détermine le couple de torsion à l'aide d'un pendule de torsion (**Figure II.12**). C'est un dispositif constitué d'une masse cylindrique fixée à un support horizontal par l'intermédiaire d'une fibre de palmier dattier. Cette fibre exerce un couple de rappel  $M_{t/0}$  proportionnel à l'angle de torsion  $\theta$  qu'on lui impose tel que:

$$M_{t/0} = -\tau\theta \quad \text{II.6}$$



**Figure II.12** : Pendule de torsion

Si on écarte le dispositif de sa position d'équilibre, d'un angle  $\theta$  (petit) dans un plan horizontal celui-ci oscille dans ce plan. Dans des approximations acceptables, l'équation différentielle du mouvement, établie à partir du théorème du moment cinétique ou de la conservation de l'énergie mécanique, s'écrit :

$$\ddot{\theta} + \frac{\tau}{I_G} \theta = 0 \quad \text{II.7}$$

Où  $I_G$  et le moment d'inertie de la masse de rayon  $R$ .

L'établissement de cette équation considère les frottements négligeables.

La solution de cette équation différentielle est de type :

$$\theta = \theta_0 \cos(\omega t + \varphi) \quad \text{II.8}$$

Où  $\omega$  représente la pulsation caractéristique de l'oscillation donnée par :

$$\omega = \sqrt{\frac{\tau}{I_G}} \quad \text{II.9}$$

$\theta_0$  est angle initial de torsion.

On détermine le couple de torsion par la durée de l'oscillation et le moment d'inertie du système oscillatoire. La période de l'oscillation sera donc :

$$T = \frac{2\pi}{\omega} = 2\pi \sqrt{\frac{I_G}{\tau}} \quad \text{II.10}$$

Avec :

$$I_G = \frac{1}{2}MR^2 \quad \text{II.11}$$

La période étant indépendante de l'amplitude, elle sera mesurée par un détecteur optique de mouvement.

D'où :

$$\tau = \left(\frac{2\pi}{T}\right)^2 \cdot I_G \quad \text{II.12}$$

Le module de cisaillement sera déterminé alors par la formule suivante :

$$\mu = \frac{32 \cdot \tau \cdot L}{\pi \cdot D^4} \quad \text{II.13}$$

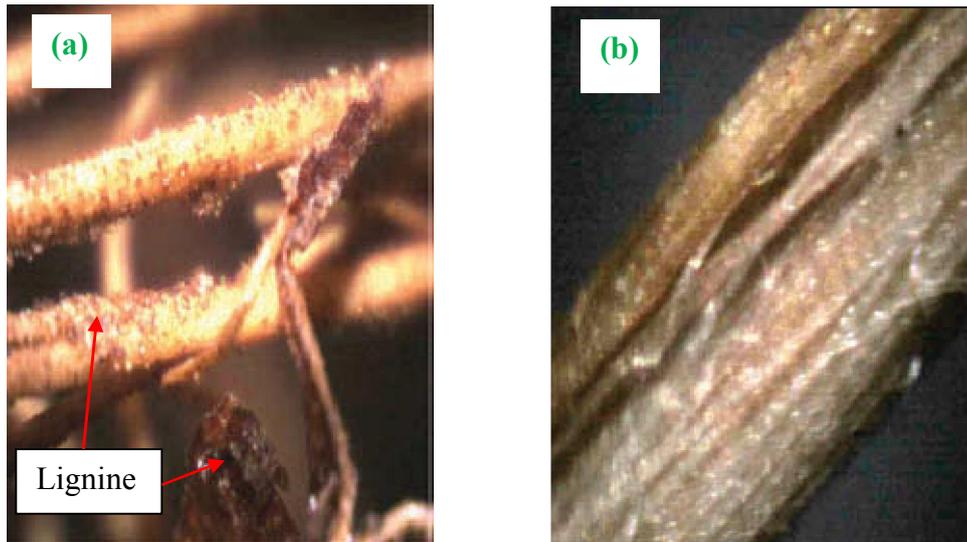
Ceci nous permet de déduire le coefficient de poisson par la relation (II.4).

Une série de mesures a été faite sur différents types de fibres de palmier dattier de longueur 240 mm et de diamètre variant entre 0.47 et 0.65 mm.

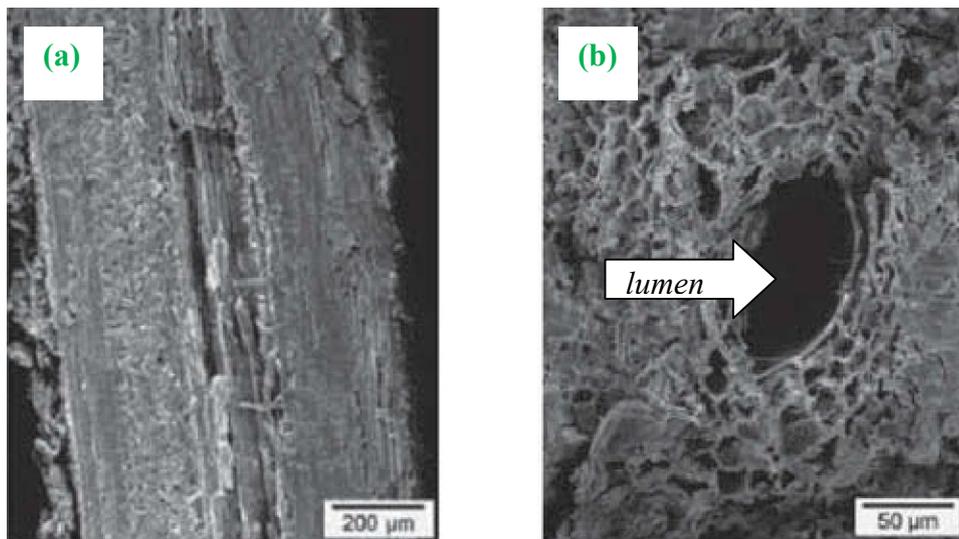
## II.6. Résultats et discussions

### II.6.1. Caractérisation morphologique de la fibre de palmier dattier

L'étude morphologique montre que la fibre du Lif de palmier dattier a une structure hétérogène. L'observation par microscope optique d'un faisceau montre la surface rugueuse essentiellement constituée de lignine (**Figure II.13a**), surface typique pour la plupart des fibres naturelles. Chaque fibre est constituée d'un assemblage de fibrilles (**Figure II.13b et Figure II.14a**). D'après l'observation par microscope électronique à balayage montre Il existe un trou sur la partie centrale de chaque fibrille appelé *lumen* (**Figure II.14b**) [10]. Ce type de fibre du Lif présente une valeur faible de la masse volumique.



**Figure II.13:** Images microscopiques de la surface latérale du Lif ( $\times 60$ )



**Figure II.14:** Images du MEB d'une fibre de palmier dattier Lif [10]

### II.6.2. La masse volumique de la fibre de palmier dattier

Les mesures de la masse volumique des fibres Lif ont données des valeurs comprises entre  $0,45$  et  $0,57\text{g/cm}^3$ . Elle est d'environ 50% inférieure à celle du lin [14], du chanvre [15], du kénaf [16], et les fibres alfa [17]. Ainsi, les fibres Lif offrent un avantage important dans la conception de matériaux composites légers.

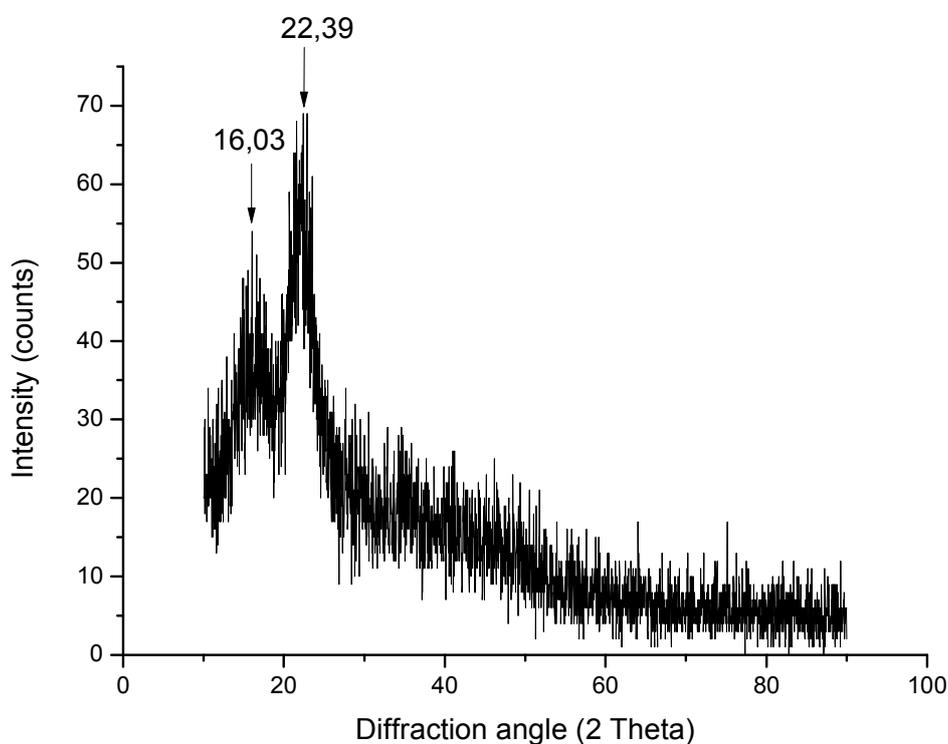
Le **Tableau II.4** montre la masse volumique des fibres Lif des cinq types de palmiers dattier.

Type de palmier dattier	DN	DG	DB	MD	DO	Min-Max
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0.57	0.47	0.56	0.50	0.45	0.45-0.57

**Tableau II.4:** Masse volumique de la fibre Lif des cinq types du palmier dattier

### II.6.3. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Le diagramme de diffraction des rayons X de la fibre du Lif de palmier dattier (**Figure II.15**) présente deux pics de diffraction forts à  $2\theta = 16,03^\circ$  et  $22,39^\circ$ , qui sont remarquablement détectés dans la plupart des bio fibres [18]. Le pic à  $2\theta = 16,03^\circ$  indique l'existence de constituants amorphes dans la fibre de Lif. Le pic à  $2\theta = 22,39^\circ$  désigne la nature cristalline de la fibre. L'analyse de ce diagramme par logiciel *XPert HighScore* montre l'indice de cristallinité a été estimé à 70%, ce qui est proche au fibre de rachi de palmier dattier (72%) [19] et supérieur aux autres fibres végétales, comme Plant de Heteropogon Contortus (54.1%), Acacia leucophloea (51%), Acacia Arabica (51,72%) et Acacia planifrons (65,38%) [18, 20-22].

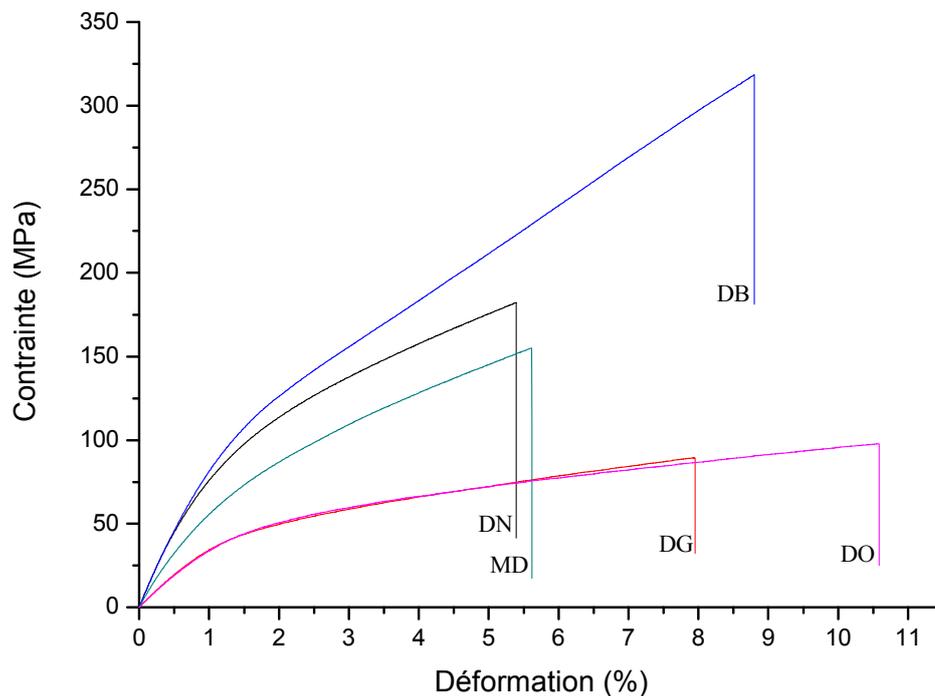


**Figure II.15 :** Diffraction des rayons X de la fibre du Lif

#### II.6.4. Essai de traction

L'analyse des résultats se base sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation (**Figure II.16**). Les courbes contrainte-déformation pour la fibre du Lif de différents types de palmier dattier testées (minimum 5 spécimens pour chaque type) montrent une première phase linéaire élastique caractérisée par un module d'élasticité constant. Ensuite, les courbes perdent leur linéarité initiale, reflétant le début des dommages dans les fibres. Dans la dernière phase, les fibres retrouvent un comportement linéaire irréversible jusqu'à la rupture brutale.

Les principales caractéristiques mécaniques des fibres Lif des différents types de palmiers dattiers sont listées dans le **Tableau II.5**. Ces résultats montrent clairement la différence de valeurs des caractéristiques mécaniques pour les différents types de fibres, en particulier la rigidité mécanique. Ces différences doivent être prises en compte en fonction du type de matériau composite à produire.

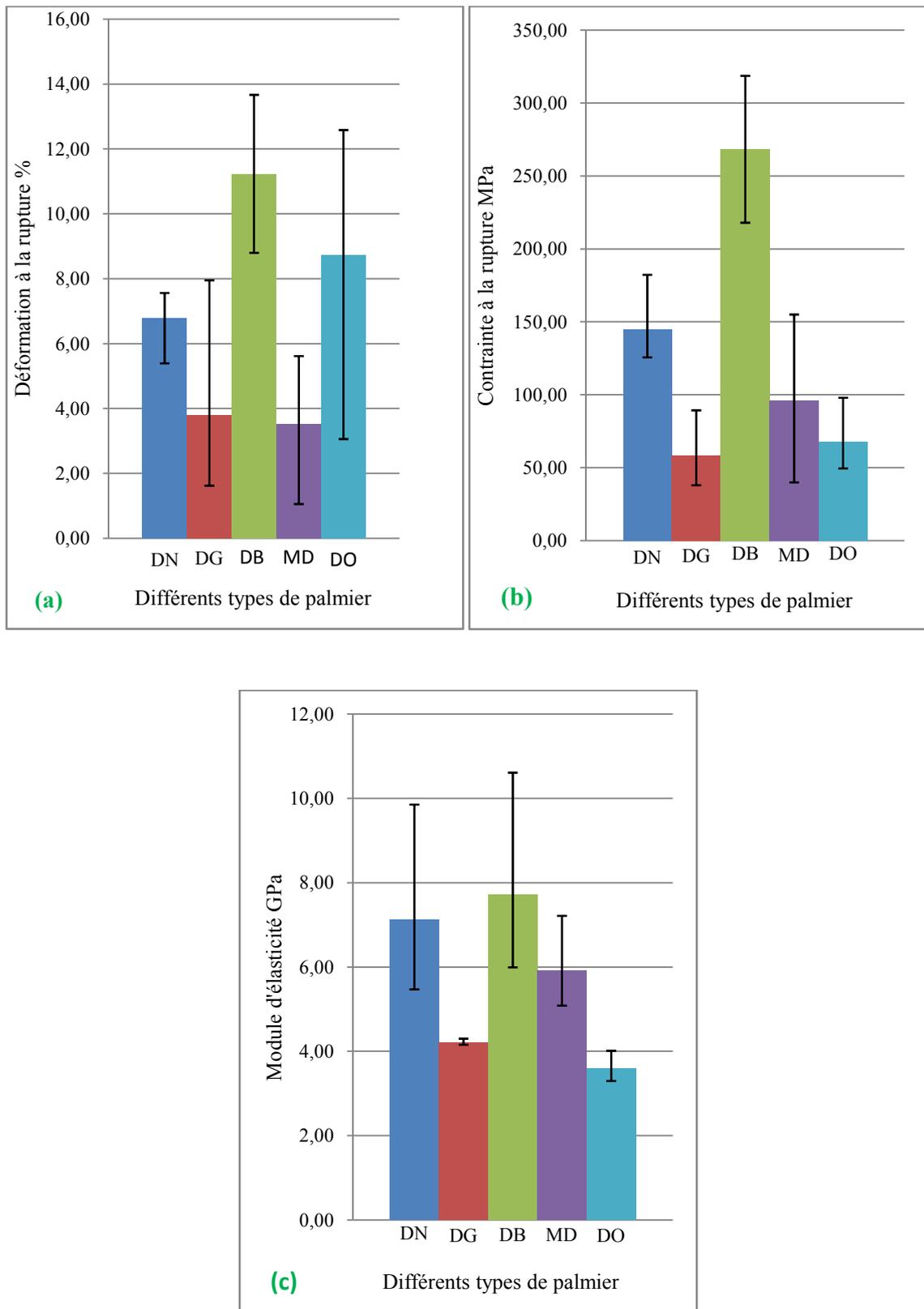


**Figure II.16** : Courbes contrainte-déformation pour la fibre du Lif de différents types de palmier dattier

Type de palmier	Longueur effective 100 mm			
	Diamètre (mm)	$\epsilon_r$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	E (GPa)
DN	0.173-0.332	5,39 - 7,56	125,57 - 182,25	5,47 - 9,85
DG	0.204-0.229	1,62 - 7,95	38,02 - 89,35	4,16 - 4,30
DB	0.246-0.385	8,80 - 13,66	217,91 - 318,55	5,57 - 9,86
MD	0.273-0.352	1,05 - 5,61	39,92 - 154,98	5,08 - 7,21
DO	0.173-0.292	3,06 - 12,58	49,55 - 97,95	3,30 - 4,01
Min-Max		1.05-13.66	38.02-318.55	3.30-9.86

**Tableau II.5** : Propriétés mécaniques de la fibre du Lif de différents types de palmier dattier

Les histogrammes **a**, **b** et **c** de la **Figure II.17** montrent une comparaison des valeurs moyennes des caractéristiques mécaniques de la fibre du Lif des différents types de palmiers dattiers.



**Figure II.17 :** Variation des propriétés mécaniques de la fibre du Lif en fonction de différents types de palmier dattier.

### II.6.5. Essai de torsion

Le dispositif utilisé pour déterminer le coefficient de Poisson a été testé initialement avec un fil de cuivre émaillé. Le **Tableau II.6** donne les résultats obtenus.

Matériau	E (GPa)	$\mu$ (GPa)	$\nu$ (/)	$\nu^*$ (/)
Fil de Cuivre émaillé	64.306	24.677	0.3030	0.3

(\*) Source : référence [23]

**Tableau II.6** : Caractéristiques mécaniques du fils de cuivre

De nouveaux échantillons de fibres de différents types de palmier dattier ont été préparés pour effectuer les essais de torsion.

Le **Tableau II.7** montre le module d'élasticité et la période d'oscillations déterminées expérimentalement par l'essai de traction et de torsion, respectivement. Les valeurs minimales et maximales des paramètres de Lamé et du coefficient de Poisson, sont calculées à l'aide des formules données au paragraphe II.5.3.2.

Le nombre d'essais effectués pour déterminer les paramètres de Lamé et le coefficient de Poisson confirment les différences entre les caractéristiques de la fibre Lif en fonction des différents types du palmier dattier, signalées dans le **Tableau II.5**. Cependant, ces résultats peuvent être regroupés pour établir une caractérisation générale de toutes les fibres testées. Par conséquent, le coefficient de Poisson peut être considéré comme compris entre 0,100 et 0,176.

Type de palmier dattier	E* (GPa)	T (s)	$\mu$ (GPa)	$\lambda$ (GPa)	$\nu$ (/)
DN	5.0656	2.5978	2.165-2.241	0.788- 1.112	0.130-0.169
		2.5582			
		2.5725			
		2.5751			
		2.5632			
DG	4.4786	4.6023	1.970- 2.00	0.602- 0.740	0.115-0.136
		4.5684			
		4.6003			
		4.5800			
		4.5881			
DB	6.6329	2.9453	2.848- 2.907	1.138- 1.392	0.140-0.164
		2.9206			
		2.9365			
		2.9610			
		2.9155			
MD	4.5017	3.1316	1.912- 1.951	0.864- 1.047	0.153- 0.176
		3.1250			
		3.1387			
		3.1243			
		3.1267			
DO	3.9393	5.3994	1.751-1.803	0.409-0.581	0.100-0.125
		5.4484			
		5.4401			
		5.4755			
		5.4782			

(\*) Par essai de traction

**Tableau II.7** : Résultats des essais de torsion

**Le Tableau II.8** énumère les caractéristiques mécaniques des fibres Lif brutes des palmiers dattiers par rapport aux autres fibres naturelles et synthétiques. Ces valeurs montrent que les caractéristiques mécaniques de la fibre Lif des palmiers dattiers sont du même ordre de grandeur que celles des autres types de fibres végétales. Par conséquent, compte tenu de leur faible densité, les fibres Lif se révèlent posséder une résistance spécifique plus élevée. La structure microscopique poreuse des fibres Lif est la principale cause de cette différence. La littérature ne présente que peu de résultats pour le coefficient de Poisson des fibres végétales. Les valeurs obtenues dans cette étude par l'utilisation du test de torsion de surface étaient du même ordre de grandeur que les valeurs obtenues par Baley, C et Bournaud, A et al. et [24, 25] pour la fibre de chanvre.

Fibres	Caractéristiques mécaniques				Propriétés spécifiques			Références
	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\epsilon_r$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	E (GPa)	$\nu$	$\sigma_r/\rho$ (KNm/Kg)	E/ $\rho$ (MNm/Kg)	
Verre E	2.60	4.5	3400	73	0.22	1307.69	28.07	[26]
Lin	1.5	2.7-3.2	345-1035	50-70	-	230-690	33.3-46.66	[27]
Jute	1.3	1.5-1.8	393-773	26.5	-	302-594	20.38	[28] [29]
Sisal	1.3-1.4	1.6-2	80-840	9-22	-	61.5-646	6.76-16.64	[30]
Chanvre	1.07-1.48	1.6	390-900	35-70	0.12	364.4-608.1	32.71-47.3	[24, 25]
Alfa	0.94	1.8	145	21	-	154.25	22.34	[17]
Cotton	1.5-1.6	7.0-8.0	287-597	5.5-12.6	-	191-398	3.66-8.40	[31]
<b>Lif</b>	<b>0.45-0.57</b>	<b>1.05-13.66</b>	<b>38.02-318.55</b>	<b>3.30-9.86</b>	<b>0.100-0.176</b>	<b>74.55-624.6</b>	<b>6.47-19.33</b>	[Présent travail]
Rc	0.94	10.9-53	150-1738	2.3-17	-	159.5-1849	2.55-18.8	[27]
Coco	1.2	30.0	175	4.0-6.0	-	145.83	3.33-5.0	[30]

Tableau II.8: Comparaison de la fibre Lif à d'autres fibres

### II.7. Synthèse

Cette étude expérimentale a été réalisée pour caractériser un type de fibre du palmier dattier connu localement sous le nom de Lif. Du fait que la fibre est considérée comme présentant un comportement mécanique isotrope, le module d'élasticité a été déterminé en effectuant l'essai de traction, et le coefficient de Poisson, par le test de torsion. Les propriétés spécifiques de cette fibre ont été calculées en déterminant expérimentalement sa densité.

Malgré les différences dans les caractéristiques mécaniques des différents types de fibres Lif testées, les résultats de la présente étude indiquent que la fibre du Lif peut être utilisée comme les autres fibres végétales. La faible densité et les caractéristiques mécaniques intéressantes de la fibre Lif indiquent la possibilité de l'utiliser comme renfort dans les matériaux composites pour diverses utilisations industrielles. Les résultats du coefficient de Poisson montrent l'efficacité de la méthode utilisée pour déterminer ce paramètre important.

## Références

- [1] Youcef Djebbloun, Mabrouk Hecini, Tarek Djoudi, and B. Guerira, "Experimental determination of elastic modulus of elasticity and Poisson's coefficient of date palm tree fiber," *Journal of Natural Fibers*, published online, 11 Jan 2018.
- [2] Institut Technique de Développement de l'Agronomie Saharienne (ITIDAS), Rapport sur la situation du secteur agricole, Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et de la Pêche, Algérie. Saharienne 2012, Biskra, Algérie.
- [3] N. Benmansour, "Etude des performances de produits renouvelables et locaux adaptés aux applications de l'isolation thermique dans le bâtiment," Mémoire de magister, Faculté des sciences, Université El Hadj Lakhdar, Batna, Algérie, 2011.
- [4] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Caractérisation thermophysique du bois de palmier dattier en vue de son utilisation en isolation thermique dans l'habitat," in *Congrès Français de Thermique*, 2011, pp. 171-176.
- [5] B. Taallah, "Etude du comportement physico-mécanique du bloc de terre comprimée avec fibres," Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider Biskra, 2014.
- [6] T. Guettaf Tamém, "Modélisation du comportement mécanique des constituants du palmier dattier," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider de Biskra, 2017.
- [7] A. Kriker, "Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec," Thèse de doctorat, Ecole Nationale Polytechnique Alger, 2005.
- [8] H. Abdel-Rahman, R. Al-Juruf, F. Ahmad, and I. Alam, "Physical, mechanical and durability characteristics of date palm frond stalks as reinforcement in structural concrete," *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 10, pp. 175-181, 1988.
- [9] A. Alawar, A. M. Hamed, and K. Al-Kaabi, "Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement," *Composites Part B: Engineering*, vol. 40, pp. 601-606, 2009.
- [10] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. Khenfer, and M. Chabannet, "Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate," *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, pp. 554-564, 2005.
- [11] A. Sbiai, "Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres," Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2011.
- [12] Instron, "Textile cord and yarn grips. In Accessoires of materials testing," in *guide*, 5th ed: Illinois Tool, Works Inc. France, 2015, pp. 53-54.
- [13] F. Beaulard, "Sur les propriétés élastiques des fils de soie et le coefficient de Poisson," *Journal of Physical and Theoretical Applications*, vol. 2, pp. 785-795, 1903.
- [14] H. Bos, M. Van Den Oever, and O. Peters, "Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fibre reinforced composites," *Journal of Materials Science*, vol. 37, pp. 1683-1692, 2002.
- [15] X. Li, L. G. Tabil, and S. Panigrahi, "Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review," *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 15, pp. 25-33, 2007.
- [16] B.-H. Lee, H.-J. Kim, and W.-R. Yu, "Fabrication of long and discontinuous natural fiber reinforced polypropylene biocomposites and their mechanical properties," *Fibers and Polymers*, vol. 10, pp. 83-90, 2009.
- [17] Dalila Hammiche, Amar Boukerrou, Hocine Djidjelli, Antoine Kervoëlen, and Y. Grohens, "Etude des propriétés physico-chimiques, thermiques et mécaniques des fibres d'alfa," *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 25, pp. 07-24, 2015.
- [18] P. Manimaran, S. Saravanakumar, N. Mithun, and P. Senthamaraiannan, "Physicochemical properties of new cellulosic fibers from the bark of *Acacia arabica*," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 21, pp. 548-553, 2016.

- [19] K. Ben Hamou, "Extraction de nanofibrilles de cellulose à structure et propriétés contrôlées: caractérisation, propriétés rhéologiques et application nanocomposites," Thèse de doctorat, Grenoble Alpes, France, 2015.
- [20] N. R. J. Hyness, N. Vignesh, P. Senthamaraiannan, S. Saravanakumar, and M. Sanjay, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Heteropogon contortus* plant," *Journal of Natural Fibers*, vol. 15, pp. 146-153, 2018.
- [21] V. Arthanarieswaran, A. Kumaravel, and S. Saravanakumar, "Characterization of new natural cellulosic fiber from *Acacia leucophloea* bark," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 20, pp. 367-376, 2015.
- [22] P. Senthamaraiannan, S. Saravanakumar, V. Arthanarieswaran, and P. Sugumaran, "Physico-chemical properties of new cellulosic fibers from the bark of *Acacia planifrons*," *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 21, pp. 207-213, 2016.
- [23] H. Gassot, T. Junquera, A. Legoff, J. Lescornet, V. Ji, L. Grandsire, M. Jeandin, and V. Guipont, *Caractérisations mécaniques des dépôts de cuivre réalisés par projection thermique*, 2001, p.28. <in2p3-00018961>.
- [24] C. BALEY, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*: Ed. Techniques Ingénieur. Matériaux fonctionfonctionnels, N° N2220., 2005.
- [25] A. Bournaud, C. Morvan, and C. Baley, "Apport de la nanoindentation pour la caractérisation mécanique de fibres végétales= Nanoindentation contribution to mechanical characterization of vegetal fibers," in *JNC 16*, 2009.
- [26] J.-M. Berthelot, *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*, TEC & DOC, 3rd ed.: Lavoisier, Paris, France, 1999.
- [27] R. Ntenga, "Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites," Thèse de doctorat en cotutelle mécanique avancée, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II; Université de Yaoundé, 2007.
- [28] P. Roe and M. P. Ansell, "Jute-reinforced polyester composites," *Journal of Materials Science*, vol. 20, pp. 4015-4020, 1985.
- [29] A. S. Virk, W. Hall, and J. Summerscales, "Physical characterization of jute technical fibers: fiber dimensions," *Journal of Natural Fibers*, vol. 7, pp. 216-228, 2010.
- [30] E. Bisanda and M. P. Ansell, "Properties of sisal-CNSL composites," *Journal of Materials Science*, vol. 27, pp. 1690-1700, 1992.
- [31] S. H. Zeronian and H. S. Ryu, "Properties of cotton fibers containing the cellulose IV crystal structure," *Journal of applied polymer science*, vol. 33, pp. 2587-2604, 1987.

# Chapiter III.

## Mise en œuvre et caractérisation du composite

### *Sommaire*

---

	<b>Introduction.....</b>	58
<b>III.1</b>	<b>Matériaux de l'étude.....</b>	61
III.1.1	Polypropylène.....	61
III.1.2	Polyester.....	62
III.1.3	Epoxy.....	62
III.1.4	Préparation du renfort en Lif.....	63
<b>III.2</b>	<b>Protocole expérimental.....</b>	65
III.2.1	Mise en œuvre des composites.....	65
III.2.1.1	Composite Lif-polypropylène.....	65
III.2.1.2	Composite Lif-(polyester et époxyde).....	68
III.2.2	Préparation des éprouvettes.....	70
III.2.3	Essai de caractérisation par traction.....	72
<b>III.3</b>	<b>Résultats et discussion.....</b>	73
<b>III.4</b>	<b>Observations microscopiques.....</b>	78
<b>III.5</b>	<b>Synthèse.....</b>	82
	<b>Références.....</b>	83

---

## Introduction

Les composites renforcés de fibres végétales attirent une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité, leur facilité de mise en œuvre, leur haut module spécifique et leur capacité à être recyclé. Ces avantages présentent de l'intérêt pour des applications dans divers domaines domestique et industriel tel que l'industrie automobile, qui exigent des matériaux légers, des possibilités de recyclage, le minimum d'impact sur l'environnement et une réduction du coût de la matière.

Si plusieurs fibres végétales tel que le chanvre, le lin, la jute,.... ont prouvé leur intérêt dans divers domaines industriels, les fibres des palmiers dattiers commencent à solliciter l'attention de plusieurs chercheurs.

**Sbiai. A et al 2008**, ont étudié des fibres de palmiers dattiers (foliole) utilisées pour renforcer la matrice époxy. Deux tailles de fibres ont été utilisées, avec une longueur et un diamètre respectivement compris entre 20-30, et 1,5-3 mm, pour les fibres longues, et entre 5-15, et 0,25-0,75 mm, pour les fibres dites courtes. Les morphologies des composites résultants, ainsi que leur sorption thermique, mécanique et hydrique ont été évaluées. Des interactions fortes entre les deux composants et des réactions d'éthérification peuvent se produire entre les groupes hydroxyle des fibres et les groupes époxy du mélange réactif époxy-amine. Ces effets sont soulignés lors de la diminution de la taille des fibres [1].

**Sbiai Adil en 2011**, a étudié les propriétés mécaniques dans les cas des petites et grandes déformations du composite époxyde renforcé par la fibre des folioles et a mis en évidence l'effet de l'oxydation des fibres sur ces propriétés. D'autre part, le suivi de la mise en forme par RTM (moulage par transfert de résine) a montré un effet positif de l'oxydation sur le déroulement de l'injection. Une meilleure mouillabilité du mat des fibres oxydées par la résine était la cause de l'amélioration du procédé [2].

**A. Abdal-hay et al en 2012**, ont élaboré un polymère renforcés de fibres de palmier dattier avec trois différents diamètres (800-600, 600-400 et 400-200  $\mu\text{m}$ ). L'influence du traitement alcalin sur leurs caractéristiques a été étudiée. Les propriétés de traction d'une seule fibre et de composites constitués de fibres / époxy avec des fibres courtes discontinues orientées de manière aléatoire avec et sans modification chimique ont été étudiées. Les résultats ont montré que les fibres de palmier dattier peuvent être modifiées chimiquement, en particulier dans le cas des fibres fines. Il a été constaté que la résistance

à la traction et le pourcentage d'allongement d'une seule fibre après traitement alcalin augmentaient respectivement de 57% et 24,7% la résistance à la traction, le module d'élasticité et l'interaction fibre-matrice du composite étaient améliorés [3].

**Berrou. N et al en 2014**, ont déterminé les caractéristiques mécaniques d'un nouveau matériau composite à base de fibre de palmier dattier (Lif) et d'une résine de Polychlorure de vinyle (PVC). L'élaboration de ce matériau a été réalisée par l'extrusion avec une mise en forme par moulage et avec différent taux de fibres. Les résultats constatés montrent que les fractions massiques optimales pour un meilleur compromis de composite (module de Young, contrainte à la rupture et déformation à la rupture) sont celles comprises entre 10 et 15% [4].

**Khadija M. Z et al en 2017**, ont analysé l'indice limite d'oxygène, et la calorimétrie à cône sur l'effet de l'hydroxyde de magnésium ignifuge. La morphologie des fibres de palmier en présence de retardateur de flamme révèle des faits intéressants d'hydrolyse de base. Etant donné que les polymères utilisés sont recyclés et que les fibres sont obtenues à partir des feuilles de palmier dattier, l'ensemble des composites fabriqués ont été de faible coût, moins consommateur d'énergie et respectueux de l'environnement. Bien que le retardateur de flamme ait réduit les propriétés mécaniques, les fibres de palme ont renforcé le composite tout entier, contribuant ainsi à l'obtention simultanée du caractère ignifuge et des propriétés mécaniques. L'ininflammabilité est également corrélée avec la dégradation thermique et la conductivité thermique des composites à fibres mélangées [5].

**Djoudi. T et al en 2017**, ont étudié un matériau bio-composite renforcé par deux types de fibres de palmier dattier (fibre de rachis et fibre des folioles) avec de différents pourcentages de fibre (4, 7 et 10%). La mise en œuvre de ces matériaux est réalisée par le moulage à contact. A travers ce travail, ils ont trouvé que la valeur du module d'élasticité de ces matériaux est en amélioration avec l'augmentation du taux des fibres et une diminution de la contrainte maximale [6].

Le travail de **Boumhaout. M et al en 2017**, porte sur la caractérisation thermomécanique de matériaux composites à base de mortier et de fibres de palmier dattier (FPD). L'objectif est d'évaluer les propriétés d'isolation thermique ainsi que les performances mécaniques de ce matériau pour l'isolation thermique des bâtiments. Le pourcentage en volume de la maille des fibres de palmier dattier dans les échantillons d'essai variaient de 0% à 51%. Les caractéristiques thermiques de ces échantillons ont été déterminées expérimentalement en

termes de conductivité, de diffusivité, de capacité et d'effusivité. La résistance à la flexion et à la compression des échantillons ont été systématiquement évaluées. Les résultats montrent que le maillage (FPD) a un effet positif sur les propriétés thermomécaniques du matériau composite. En effet, il augmente significativement la capacité d'isolation du mortier, augmente le taux d'amortissement de diffusion de la chaleur et rend le mortier plus léger. Le maillage (FPD) améliore également la ductilité du mortier, respectant les exigences mécaniques pour les matériaux de construction. Le composite maillé mortier- (FPD) pourrait être classé parmi les matériaux structuraux et isolants selon la classification fonctionnelle de RILEM [7].

**Masri. T et al en 2018**, ont étudié un matériau composite à base de fibres de palmier dattier et le polystyrène expansé. Les combinaisons de tailles de renforcement (0,1-0,315 mm, 0,315-0,5 mm et 0,5-1 mm) et de rapport fibre / matrice (70, 75 et 80% en poids) ont été considérées pour étudier les propriétés du composite Feuilles-Polystyrène. Dans cette étude, des caractérisations physiques, mécaniques, thermiques et morphologiques ont été déterminées. Il s'agit de la densité apparente, le module de flexion, la contrainte maximale et la conductivité thermique du composite Lif-polystyrène. Les techniques de mesure de densité de pycnomètre, le test de flexion à trois points et une méthode de source de chaleur à plan transitoire (hotdisc) ont été utilisées. Le matériau a montré un bon état d'adhérence de l'interface fibre-matrice et des propriétés mécaniques acceptables avec un module de flexion et une contrainte maximale pouvant atteindre 0,78 GPa et 2,84 MPa, respectivement avec une densité comprise entre 542 et 824 kg/m<sup>3</sup>. Les essais de caractérisation thermique du composite ont également montré une conductivité thermique moyenne comprise entre 0,11 et 0,16 W / m·K [8].

**Poulose. A. M et al en 2018**, ont étudié les propriétés électriques, mécaniques, thermiques et rhéologiques d'un biocomposite mis au point en utilisant le biochar (charbon de bois) dérivé des déchets de palmiers dattiers pour le renforcement de la matrice de polypropylène (PP). Le biochar datée à 700 et 900 ° C a été mélangée à différentes proportions avec du polypropylène. Les composites résultants (BC/PP) ont été caractérisés en utilisant un éventail de techniques (microscopie à balayage électronique, spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier). De plus, les propriétés thermiques, mécaniques, électriques et rhéologiques des composites (BC/PP) ont été évaluées à différentes charges de BC (de 0 à 15% p / p). Les propriétés mécaniques des composites (BC/PP) ont montré une amélioration module d'élasticité

tandis que celle de la caractérisation électrique a révélé une conductivité électrique améliorée avec une charge de BC accrue. Bien que l'incorporation de BC dans la matrice de PP ait réduit significativement la cristallinité totale des composites résultants, cependant un effet positif sur la température de cristallisation ( $T_c$ ) a été observé. La caractérisation rhéologique des composites (BC/PP) a révélé que l'ajout de BC avait un effet minimal sur le module de conservation ( $G'$ ) par rapport au polypropylène vierge [9].

Ce chapitre présente la caractérisation mécanique d'un composite à base de fibre de palmier dattier de la région de Biskra (Algérie) dite localement Lif renforçant des matrices polymères : thermoplastique (polypropylène) et thermodurcissable (polyester et époxy). La fibre Lif utilisé est issue du palmier dattier de type Elghres. On s'intéresse aussi dans ce chapitre à l'étude de l'influence de différents paramètres comme la mise en œuvre et le taux de fraction massique du renfort sur les propriétés mécaniques de ces composites. Des observations microscopiques enfin de ce chapitre, ont été réalisées pour suivre le mécanisme de rupture des éprouvettes testées.

### III.1. Matériaux de l'étude

#### III.1.1. Polypropylène

Le polypropylène utilisé pour cette étude est de la gamme des homopolymères de (REPSOL) (**Figure III.1**), enregistré sous la référencés PP080 G2M. Il couvre une large plage d'indices de fluidité, avec des valeurs démarrant à 1g/10min, incluant des spécialités jusqu'à 150g/10min dans les applications d'injection et allant 800 - 1100g/10min dans les applications d'extrusion pour fibres ultra-fines. Ce type de thermoplastique est utilisé dans le domaine de la fabrication des articles ménagers, les bouchons et les diverses pièces à paroi mince (fiche techniques en **Annexe 1**).



**Figure III.1** : Polypropylène

### III.1.2. Polyester

Le polyester est une résine thermodurcissable destinée à la réparation des fissures dans les bateaux de pêche par moulage au contact (**Figure III.2**). La résine utilisée de référence R1902, est livrée sous forme de kit à deux composants:



**Figure III.2 :** Résine polyester

Élément A : résine accéléré. Elle ne nécessite pas l'ajout d'accélérateur évitant ainsi les erreurs de dosage.

Élément B : durcisseur.

Cette résine de couleur jaune à une masse volumique de  $1091.5 \text{ Kg/m}^3$ .

Le durcisseur est ajouté en raison de 1 à 3% et permet ainsi de réduire le temps de travail. Au delà d'un dosage de 4%, il risque de perturber les réactions de polymérisation. L'ajout du durcisseur se fait au moment de l'application. C'est l'agent qui provoque la réaction de polymérisation et le durcissement de la résine sous l'effet de l'échauffement. Les durcisseurs sont principalement des peroxydes organiques: peroxydes de benzoyle, peroxydes de méthyléthylcétone ou du peroxyde de cyclohexanone.

### III.1.3. Epoxy

L'époxy utilisé de type Scapa 41 (**Figure III.3**) est une résine bi-composante, polymérisable à température ambiante, semi-rigide et non chargée. Le mélange de couleur ambre (fiche techniques en **Annexe 1**) est utilisée dans divers domaine tels que :

- Isolation électrique des accessoires de câbles à base tension,

- Protection mécanique des accessoires de câbles à haute tension,
- Protection contre l'humidité.



**Figure III.3** : Résine Epoxyde avec leur durcisseur

#### III.1.4. Préparation du renfort en Lif

Le renfort végétal choisi dans cette étude est obtenu à partir de la fibre du Lif de palmier dattier de type Elghers qui est en abondance dans notre région (**Figure III.4**). Ils sont utilisés sous forme de fibre courte, obtenues après un lavage, un séchage et le broyage. Les fibres de Lif ont été nettoyées et lavées à l'eau distillée, puis séchées à température ambiante.

Pour obtenir un renfort sous forme courte, nous avons utilisé une moulinette domestique de type Bosch pour broyer le Lif de palmier dattier, illustrée sur la **Figure III.5**.

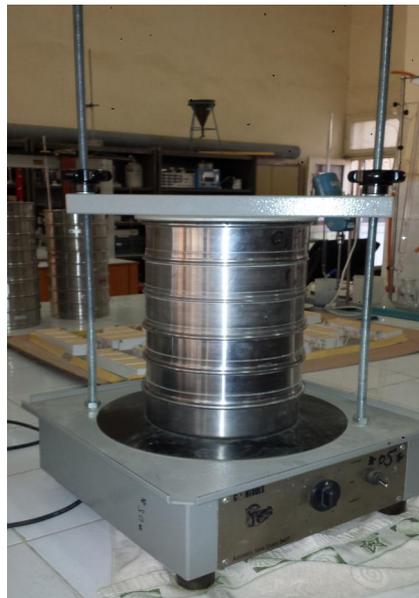


**Figure III.4** : Fibres du Lif broyées



**Figure III.5** : Moulinette à broyer

Pour déterminer la granulométrie de la fibre nous avons utilisés une tamiseuse à vibration de type Controls D407 (**Figure III.6**). Elle est composée de plusieurs tamis à différentes ouvertures permettant d'obtenir des différents diamètres variant entre 0.1-0.5 mm, la longueur des fibres mesurées était inférieure à 07 mm.



**Figure III.6** : Tamiseuse à vibration

## III.2. Protocole expérimental

### III.2.1. Mise en œuvre des composites

#### III.2.1.1. Composite Lif-polypropylène

##### a. Préparation des compounds

Pour préparer les compounds une extrudeuse mono-vis de type 567-0050 Thermo scientific (**Figure III.7**) a été utilisée pour mélanger la fibre du Lif et le polypropylène (PP). La fraction massique est déterminée par la relation suivante :

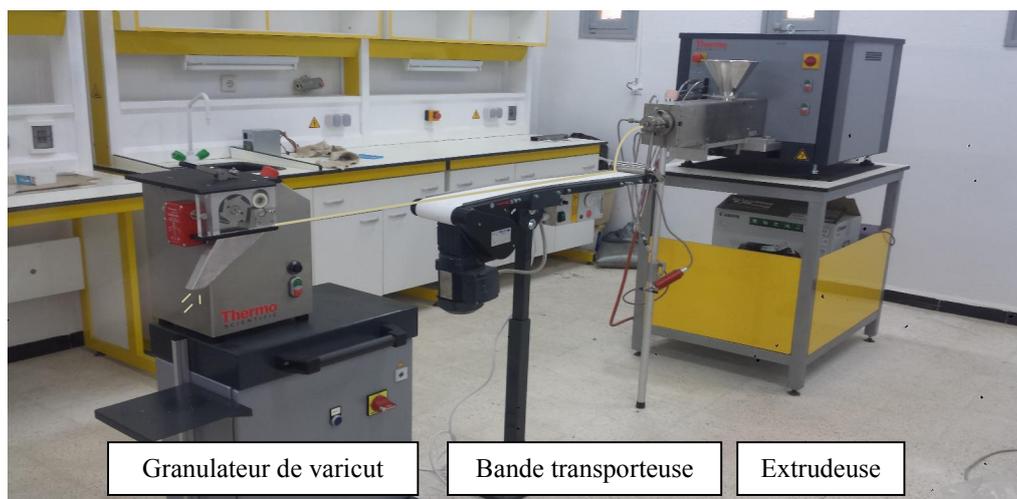
$$w_f = \frac{m_f}{m_c} \times 100 \quad \text{III.1}$$

Où

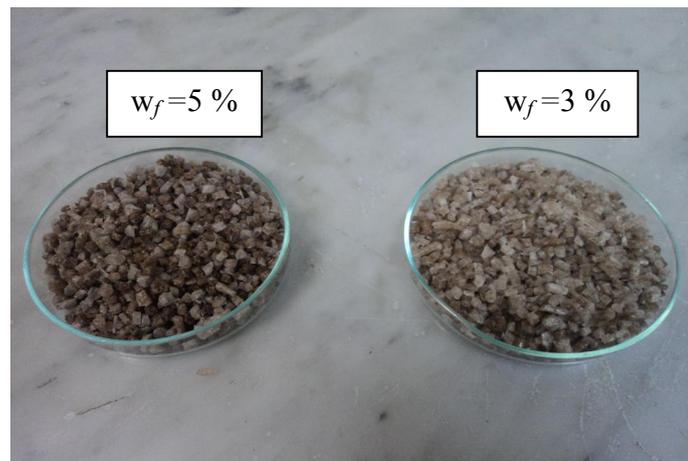
$w_f$ : fraction massique de fibres,  
 $m_f$ : la masse de la fibre,  
 $m_c$ : la masse du composite.

En plus du PP vierge, trois pourcentages massiques du Lif ont été considérés pour préparer les différents types de compounds (3, 4 et 5%) (Notation PPL0, PPL3, PPL4 et PPL5).

La vitesse de la vis de l'extrudeuse est réglée à 50 tr/min avec trois zones de température 130, 160 et 180°C. Par la suite, le matériau extrudé (**Figure III.8**) a été refroidi à l'air sur une bande transporteuse de type 557-2680 Thermo scientific, puis granulé en utilisant un granulateur de varicut 16mm de marque Thermo scientific et de type 567-5030.



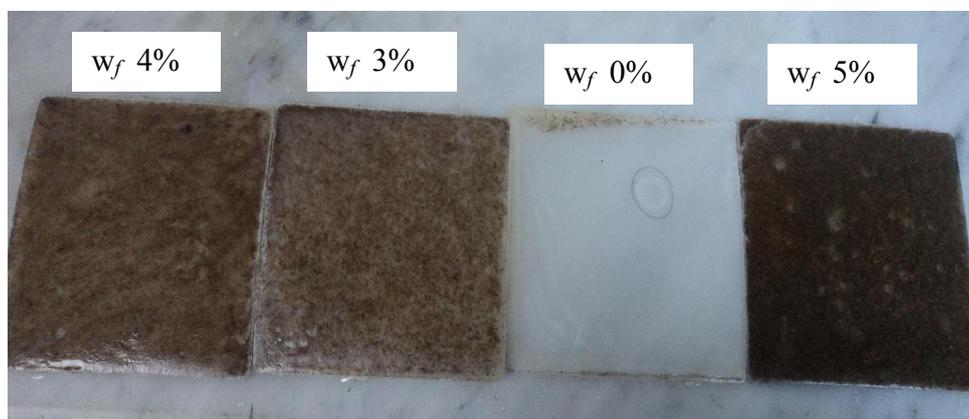
**Figure III.7** : Extrudeuse mono-vis



**Figure III.8** : Compounds avec différents taux de fibres

b. Moulage des plaques par le procédé de compression à chaud

Les compounds de composites ont été utilisés pour la mise en œuvre des plaques rectangulaires (**Figure III.9**) dans une presse à compression de type polystat 300s du laboratoire de plasturgie de l'usine des câbles électrique ENICA-Biskra (**Figure III.10**).



**Figure III.9** : Plaques moulées de différent taux de fibre



**Figure III.10** : Presse à compression à chaud

Les conditions de moulage des plaques composites sur la presse à compression à chaud sont illustrées au **Tableau III.1**.

N° opérations	T (°C)	P (bar)	t (min)
Préchauffage	180	1	3
1	180	100	3
Monte remonte		Pour dégagé les gaz	
2	180	200	3
Monte remonte		Pour dégagé les gaz	
3	180	300	5

**Tableau III.1** : Conditions du moulage par compression à chaud

Le moule carré en acier inoxydable est constitué de quatre empreintes rectangulaires de dimensions  $(100 \times 100 \times 2) \text{ mm}^3$  (**Figure III.11**). La pression a été maintenue pendant 14 minutes, puis le moule est refroidi à  $50^\circ\text{C}$  par circulation de l'eau dans le circuit de refroidissement.



**Figure III.11** : Moule ouvert de la presse à compression à chaud

### III.2.1.2. Composite Lif-(polyester et époxy)

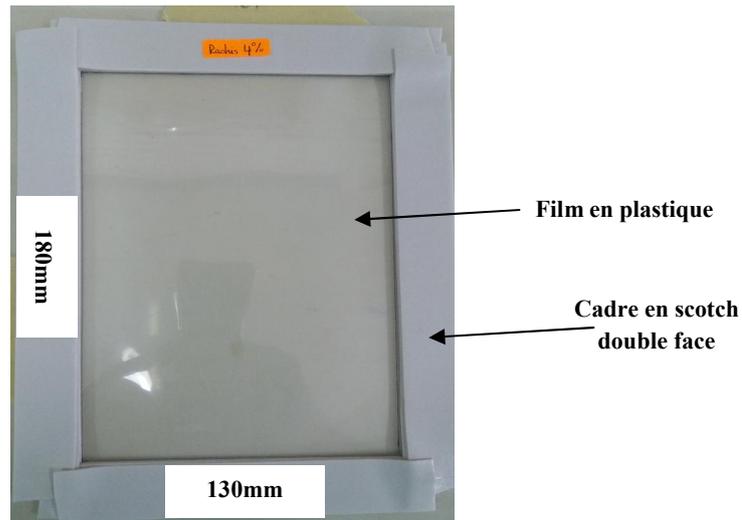
Les composites étudiés dans cette partie se présentent sous forme bidirectionnelle "2D". Les fibres du Lif se présentent sous formes des fibres coupées arrangées aléatoirement dans le plan.

Les plaques composites à base de polyester et d'époxy renforcé de fibre du Lif courtes sont élaborées au sein du département de génie mécanique à l'université de Biskra, par le procédé de moulage manuel (**Figure III.12**).



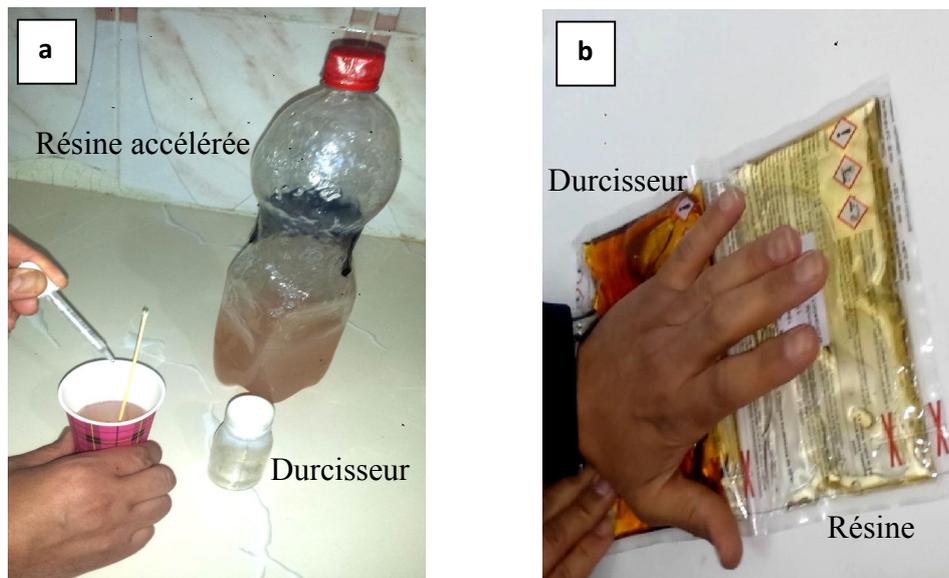
**Figure III.12** : Plaques en composites Lif-Epoxy

La mise en œuvre des plaques débute par la préparation du moule de dimension (180x130x3) mm<sup>3</sup>. Le moule est un cadre en scotch à double face placé sur un film en plastique pour faciliter le démoulage. L'ensemble est placé sur une plaque en plastic-glas (**Figure III.13**).



**Figure III.13** : Présentation du moule des composites

La **Figure III.14** montre la préparation des mélanges de la résine polyester accélérée et la résine époxyde avec ce durcisseur.



**Figure III.14** : Préparation des deux résines polyester et époxy  
a. Polyester    b. époxy

On prépare le mélange des deux matrices préparées avec les fibres du Lif coupés selon différents pourcentage illustrés dans le **Tableau III.2**.

Fraction massique $w_f$ % de la fibre Lif	0	4	7	10	14
Désignation des plaques en Lif-polyester	POL00	POL04	POL07	POL10	POL14
Désignation des plaques en Lif-époxy	EPL00	EPL04	EPL07	EPL10	-

**Tableau III.2** : Désignation des plaques composites

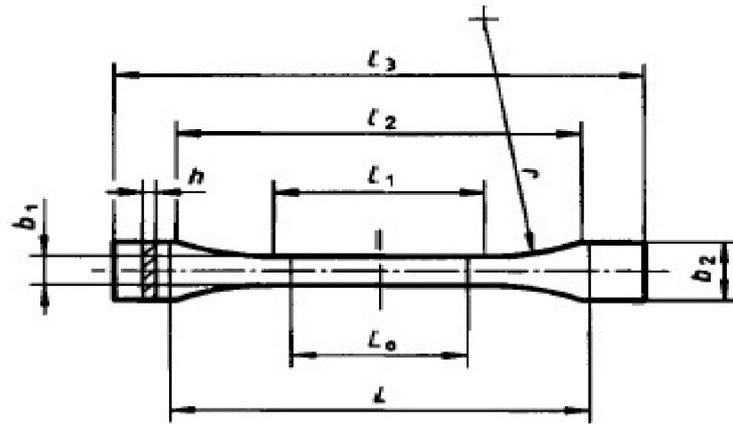
On verse le mélange résine renfort dans le moule (**Figure III.15**). Le durcissement dure 48h suivis de l'opération de démoulage.



**Figure III.15** : Moulage des plaques composites

### III.2.2. Préparation des éprouvettes

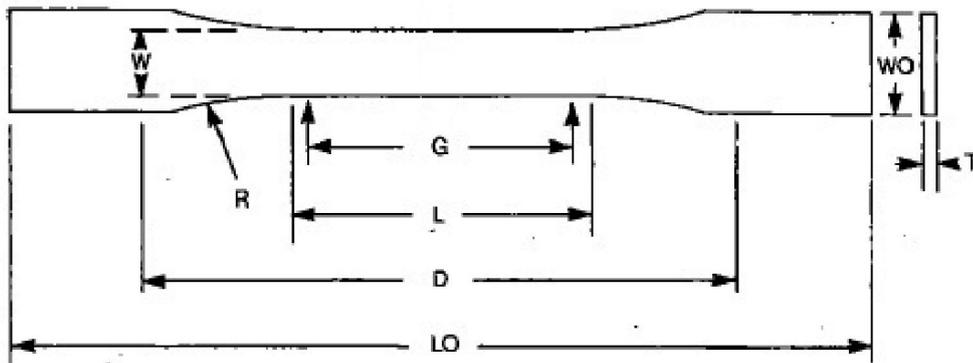
Deux types d'éprouvette de traction de forme altère sont utilisées dans le cadre de cette étude (**Figure III.16-17**), des éprouvettes pour le composite Lif-polypropylène selon la norme DIN EN ISO 527-1BA et l'autre type des éprouvettes pour les deux matériaux composites Lif-polyester et Lif-époxy selon la norme ASTM D638-02a.



$$L_3 \geq 75 \text{ mm} \quad L_1 = 30 \pm 0.5 \text{ mm} \quad r \geq 30^\circ \quad L_2 = 58 \pm 2 \text{ mm} \quad b_2 = 10 \pm 0.5 \text{ mm}$$

$$b_1 = 5 \pm 0.5 \text{ mm} \quad h \geq 2 \text{ mm} \quad L_0 = 25 \pm 0.5 \text{ mm} \quad L = L_2 + 2 \text{ mm}$$

**Figure III.16** : Géométrie des éprouvettes de traction Lif-polypropylène (Annexe 2)



$$L_0 = 165 \pm 6.5 \text{ mm} \quad D = 115 \pm 4.5 \text{ mm} \quad L = 57 \pm 2.25 \text{ mm} \quad G = 50 \pm 2 \text{ mm}$$

$$R = 76^\circ \pm 3^\circ \quad W = 13 \pm 0.5 \text{ mm} \quad W_0 = 19 \pm 0.75 \text{ mm} \quad T = 3.2 \pm 0.4 \text{ mm}$$

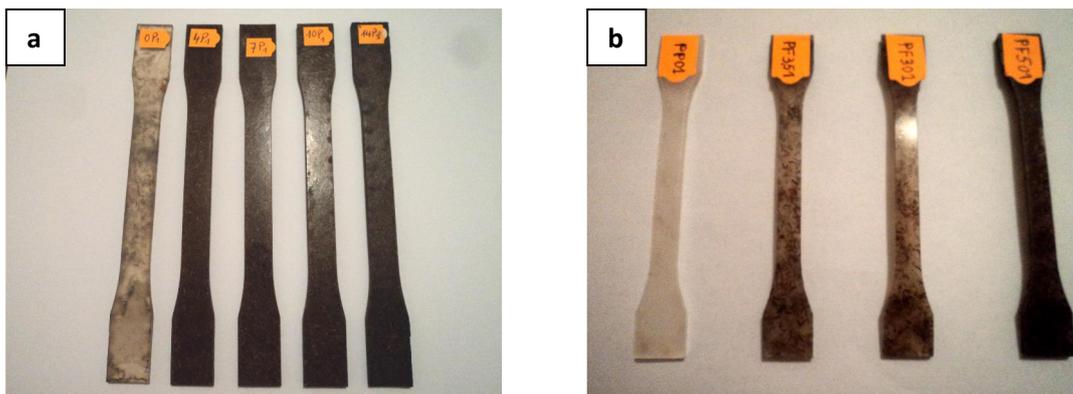
**Figure III.17** : Géométrie des éprouvettes de traction Lif-(polyester et époxy) (Annexe 2)

Pour éviter les problèmes du découpage mécanique des éprouvettes nous avons utilisé une machine à découpage laser CO<sub>2</sub> universel de type GY-9060E avec une vitesse de coupe 10mm/min (**Figure III.18**). Le découpage par laser est un processus de découpe thermique pour des panneaux et des corps composés d'une grande variété de matériaux, avec précision affinée et rapide. Le processus de découpage au laser se fait sans contact ni force, la seule contrainte thermique est provoquée par l'énergie de laser. En générale, les bords de coupe créés sont propres et n'exigent aucune finition.



**Figure III.18** : Machine de découpe au laser de type GY-9060E

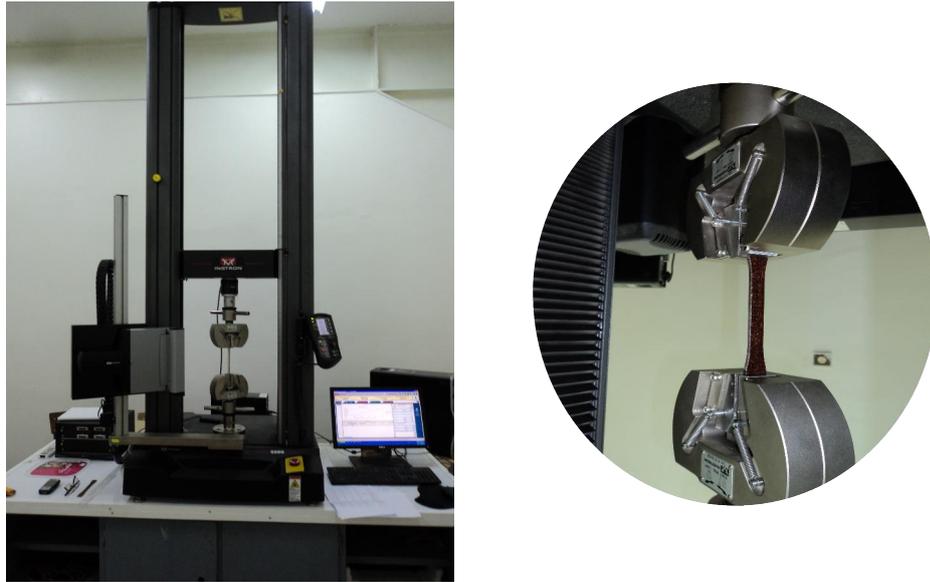
La **Figure III.19** montre quelques éprouvettes de traction altère (Lif-polyester et Lif-polypropylène) coupé par la machine de découpe au laser.



**Figure III.19** : Echantillons altère d'essai de traction  
a : Lif-polyester, b : Lif-polypropylène

### III.2.3. Essai de caractérisation par traction

Les essais de traction sont effectués à l'aide d'une machine de traction universelle INSTRON 5969 de capacité égale à 5 KN, proposant une vitesse constante de déplacement des points de charge. Après plusieurs essais, on a adopté la vitesse 0.5 mm/min pour le composite Lif-polypropylène et de 2mm/min pour le composite Lif-(polyester/époxyde). Cette machine est constituée d'une traverse inférieure fixe et d'une traverse supérieure mobile. Cette machine d'essai pilotée par un ordinateur est liée à une chaîne d'acquisition des données par le logiciel Bluehill 3 permettant le stockage et le traitement des données. Trois éprouvettes au moins ont été testées pour chaque taux de fibre de différents types de composite (Lif-polypropylène, Lif-polyester et Lif-époxy).



**Figure III.20** : Machine de traction type INSTRON modèle 5969

### III.3. Résultats et discussion

Les essais de traction effectués sur des éprouvettes de forme haltère a donné au moins une rupture pour chaque type du matériau au milieu de l'éprouvette (**Figures III.21**). Ce constat confirme l'hypothèse de l'utilisation des éprouvettes sous forme haltère pour minimiser la concentration de contraintes et orienter la rupture vers le milieu de l'éprouvette.



**Figures III.21** : Éprouvettes de traction après rupture.

Les essais de traction ont permis de tracer les courbes contrainte-déformation représentées sur les figures ci-après. Les résultats de traction de diverses éprouvettes élaborées par les différents types du procédé de moulage sont illustrés sur les **Figures III.22, III.23** et **III.24**.

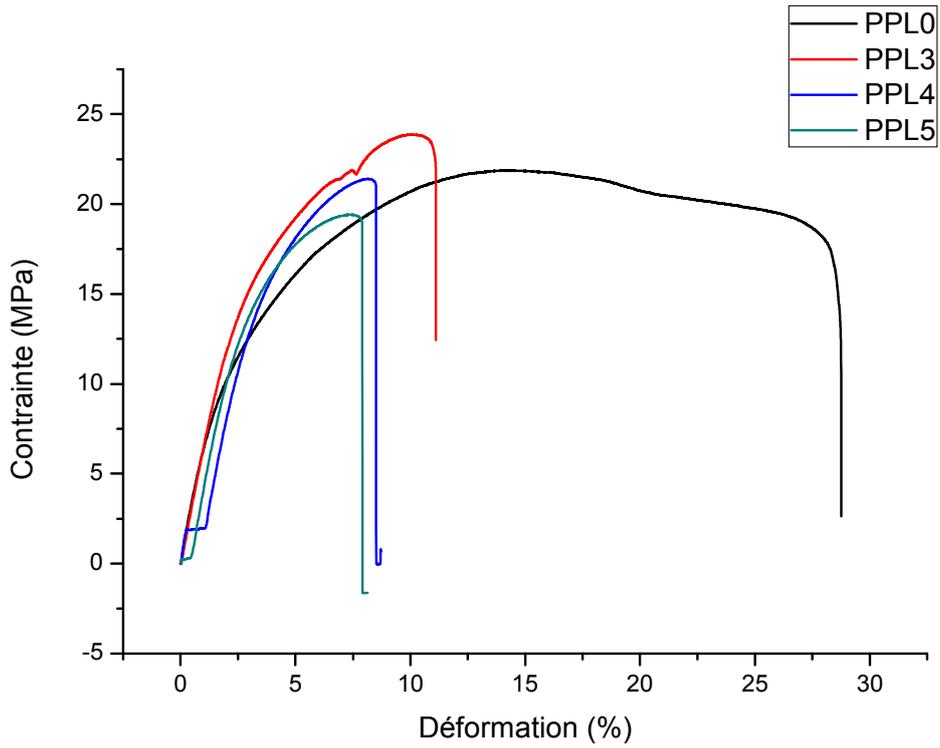


Figure III.22 : Courbe contrainte-déformation pour le composite Lif-Polypropylène

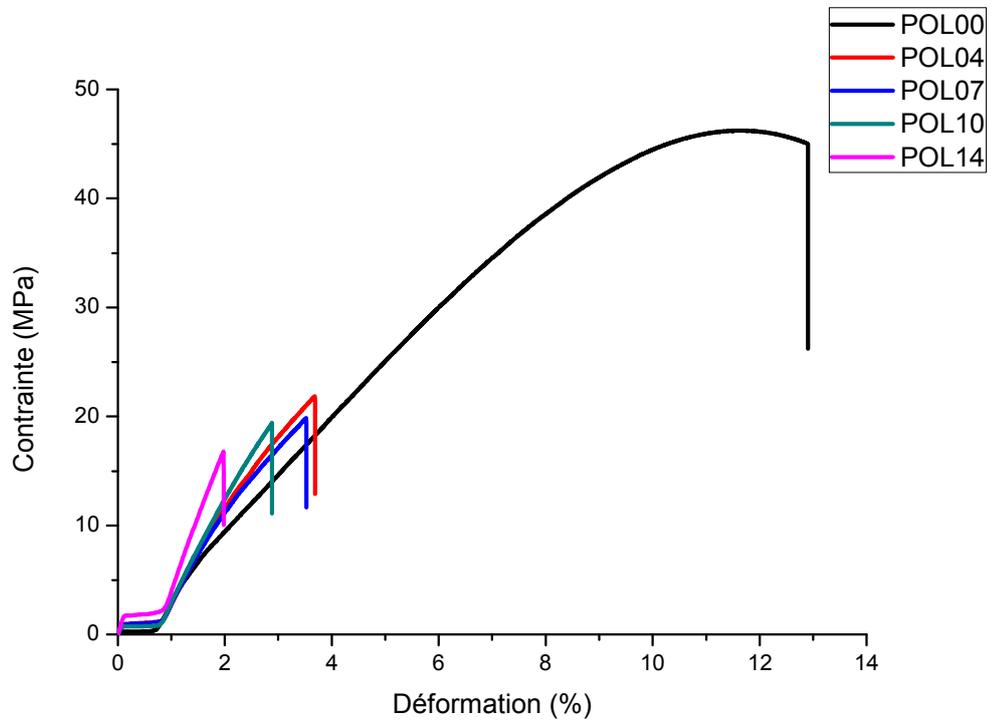
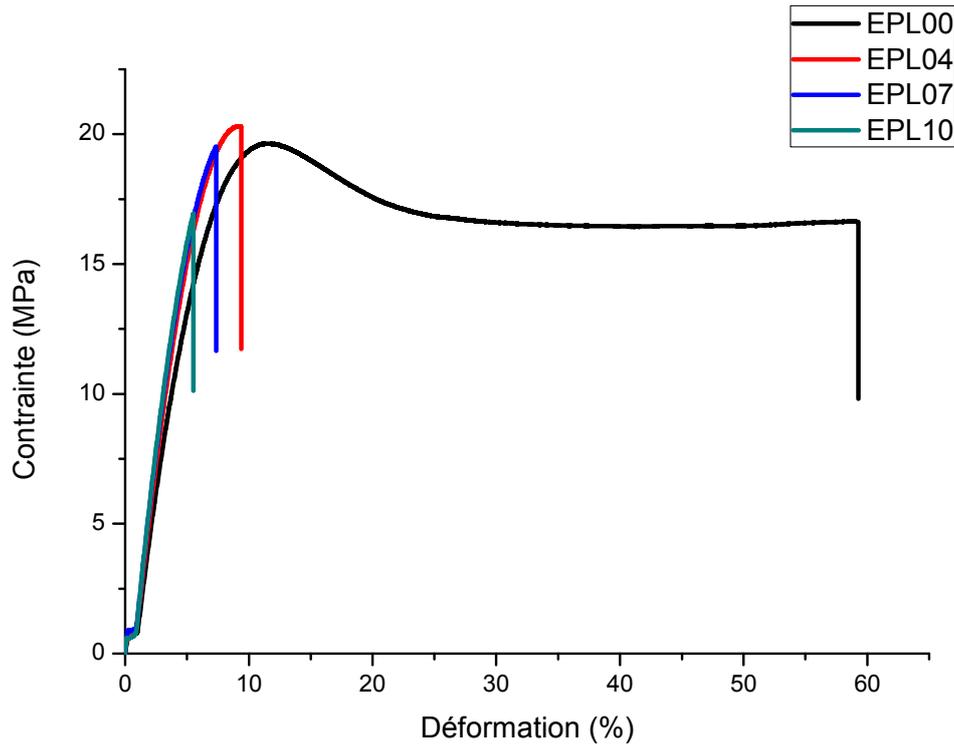


Figure III.23 : Courbe contrainte-déformation pour le composite Lif-polyester



**Figure III.24 :** Courbe contrainte-déformation pour le composite Lif-Epoxy

Les courbes des trois types de composites présentent la même allure suite à la sollicitation de traction. En effet, on remarque que les trois figures présentent les deux phases d'une courbe de traction classique, à savoir :

- Une partie linéaire élastique : avec une pente qui diffère d'un matériau à l'autre, expliquant ainsi d'une part, que l'ajout du renfort a rigidifié la matrice polymère (vierge PP, polyester et époxy) et d'autre part, cet effet n'est pas le même d'un matériau à un autre. Le composite Lif-polyester présente une pente la plus élevée par rapport aux autres composites, donc c'est le matériau le plus rigide.
- Une partie non-linéaire : cette partie s'étend jusqu'à la rupture du matériau.

A partir de ses courbes on détermine le taux de déformation à la rupture, la contrainte à la rupture et le module d'élasticité. La détermination du module de d'élasticité  $E$  se fait par la mesure de la pente de la partie linéaire élastique de la courbe contrainte-déformation.

Les **Tableaux III.3**, **III.4** et **III.5** récapitulent les résultats de l'essai de traction pour les différents types du composite élaborés.

Eprouvettes	Fraction massique (%)	Propriétés Mécaniques		
		E (MPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)
PPL0	0	622.043±17.703	10.62	28.363±9.739
PPL3	3	642.70±23.78	19.19±2.008	9.057±3.241
PPL4	4	682.83±136.8	13.381±0.957	6.520±3.239
PPL5	5	686.30	/	5.25

**Tableau III.3** : Résultats des essais de traction (Lif-polypropylène)

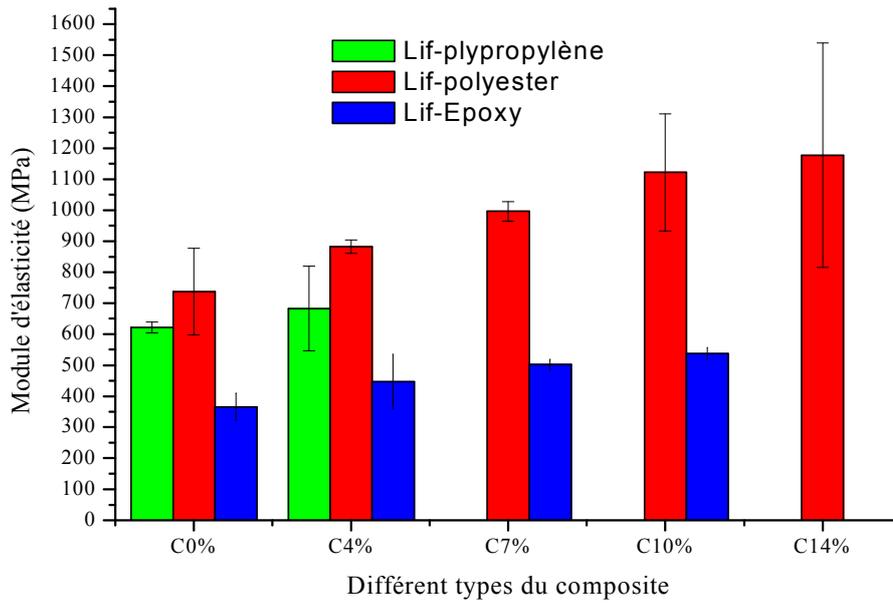
Eprouvettes	Fraction massique (%)	Propriétés Mécaniques		
		E (MPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)
POL00	0	737,181±139,483	45,315±1,261	11,2±2,2
POL04	4	882,417±21,699	23,627±1,675	4,0±0,3
POL07	7	996,347±31,814	17,159±2,5	2,9±0,6
POL10	10	1121,811±189,058	17,132±2,084	2,6±0,3
POL14	14	1177,815±361,757	16,471±1,428	2,4±0,4

**Tableau III.4** : Résultats des essais de traction (Lif-polyester)

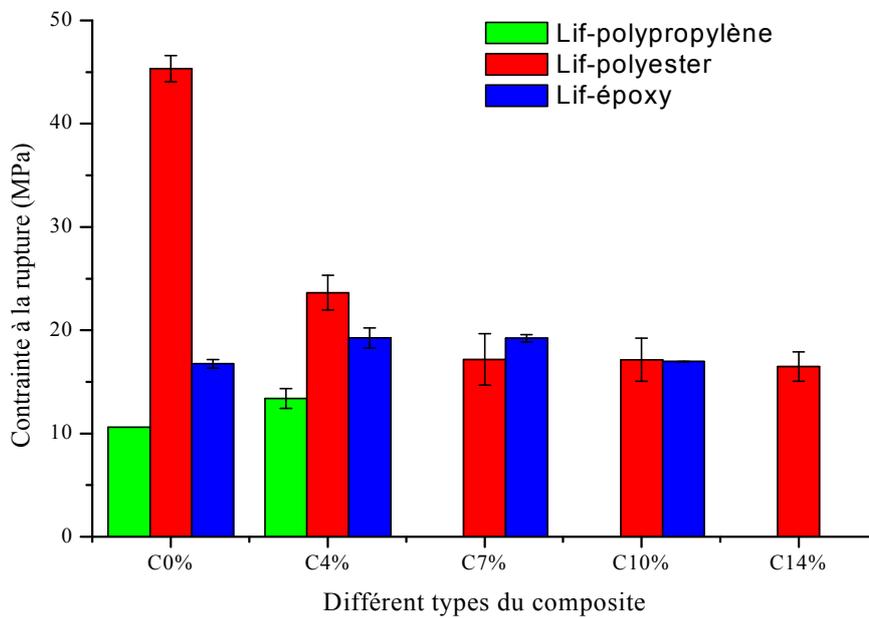
Eprouvettes	Fraction massique (%)	Propriétés Mécaniques		
		E (MPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)
EPL00	0	365,167±44,283	16,734±0,422	42,2±18,5
EPL04	4	447,70±88,337	19,243±0,961	9,6±0,4
EPL07	7	502,267±16,810	19,211±0,365	7,6±0,6
EPL10	10	537,9±18,95	16,957±0,023	5,7±0,3

**Tableau III.5** : Résultats des essais de traction (Lif-époxy)

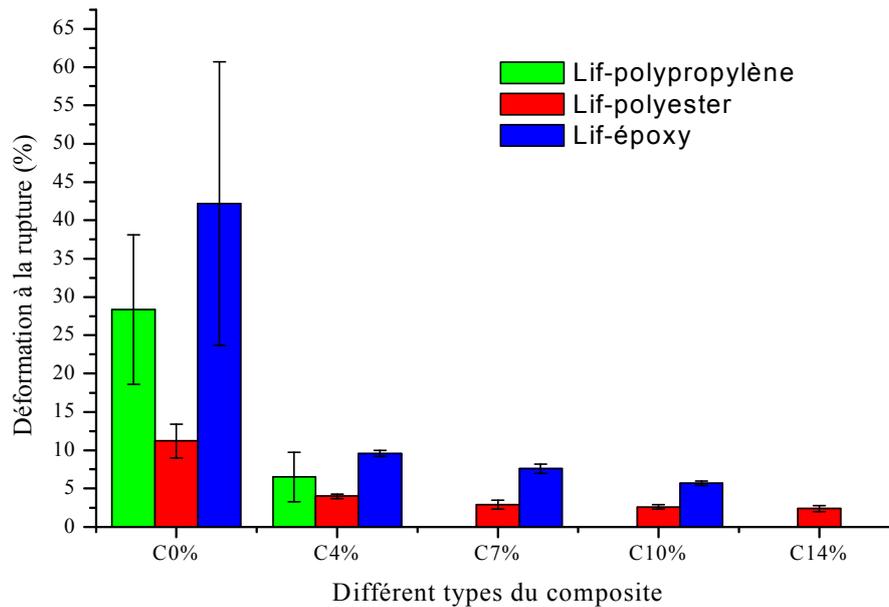
Les **Figures III.25**, **III.26** et **III.27** représentent respectivement le module d'élasticité, la contrainte à la rupture et la déformation à la rupture en fonction de différents types du composite à différent pourcentage de fibres du Lif. Pour une meilleure comparaison des résultats, nous avons superposé l'ensemble des résultats des matériaux testés dans des histogrammes.



**Figures III.25 :** Module d'élasticité des différents types de composites en fonction du taux de fibres



**Figures III.26 :** Contrainte à la rupture des différents types de composites en fonction du taux de fibres



**Figures III.27** : Déformation à la rupture des différents types de composites en fonction du taux de fibres

Ces données montrent les améliorations du module d'élasticité des résines polypropylène, polyester et époxy renforcées par la fibre du Lif avec une déformation à la rupture  $\epsilon_r$  en baisse. Ceci peut être dû au rôle rigidifiant de la fibre du Lif.

Les **Figures III.25 et III.27** montrent que la résine époxy scapa 41 a une caractéristique élastique élevée par rapport aux deux autres polymères (PPL et POL). Le composite EPL donne les plus faibles propriétés mécaniques. On observe aussi que l'augmentation du taux des fibres du Lif provoque une légère diminution de la valeur de la contrainte à la rupture du matériau composite Lif-polyester. Mais pour les résines polypropylène et l'époxy renforcées par la fibre du Lif on observe une amélioration de la contrainte à la rupture. En effet, un taux de fibre du Lif élevé rend le composite rigide et difficile à déformer.

#### III.4. Observations microscopiques

Les observations microscopique ont été effectuées à l'aide d'un microscope optique de type Olympus CX40 (**Figure III.28**) du laboratoire de métallurgie de l'université de Biskra. Ils

ont permis de monter le scénario de la rupture et distinguer aussi les phases initiales et avancées de la rupture des éprouvettes testées.



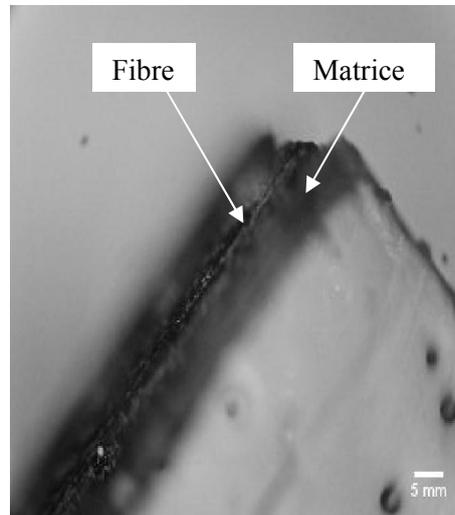
**Figure III.28** : Microscope optique.

L'observation au microscope optique du composite Lif polypropylène a permis de révéler la morphologie du matériau composite Lif polypropylène. Les micrographies optiques illustrées sur la (**Figure III.29**) montrent une distribution homogène dans le plans de la fibre du Lif du palmier dattier.



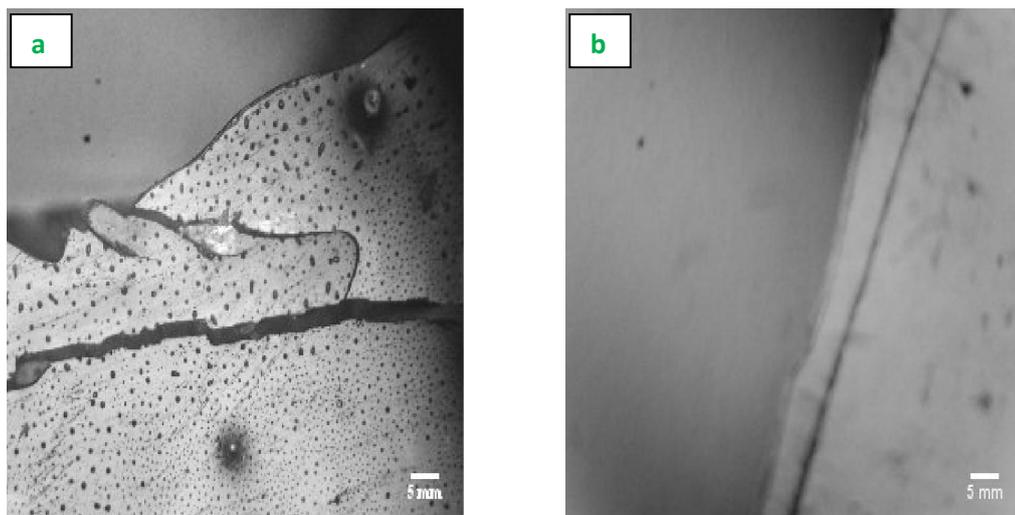
**Figure III.29** : Micrographie optique du composite PPL (x10)

La **Figure III.30** montre l'état lisse et uniforme de la surface latérale de l'éprouvette coupée par la machine découpe laser Co<sub>2</sub>.



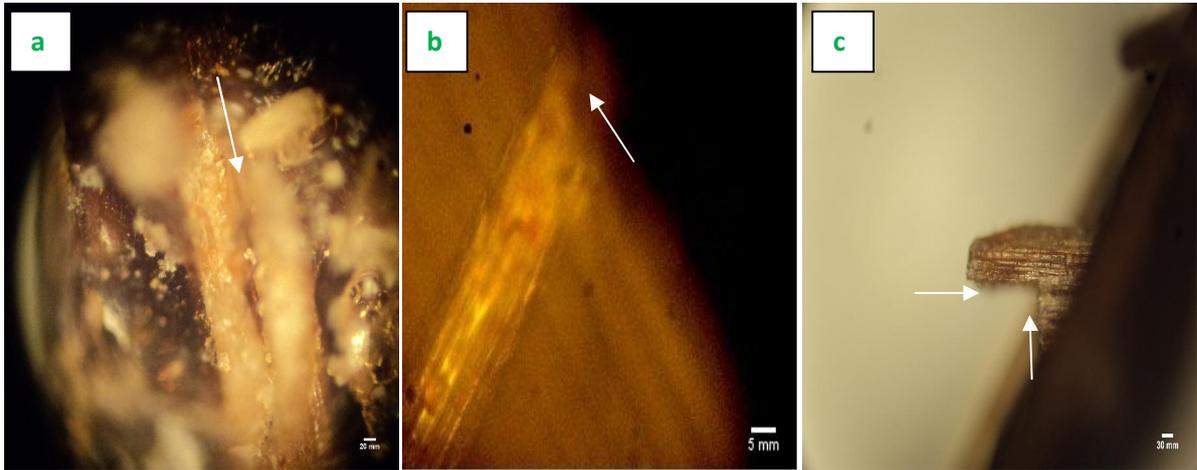
**Figure III.30** : Surface coupée par laser (x10).

La **Figure III.31** représente ces surfaces de rupture des composites POL et EPL. La première photographie **(a)**, montre la rupture dans plusieurs directions (rupture tortueuse) de la résine époxy après l'essai de traction et la photographie **(b)** montre une surface de rupture plus plane de la résine polyester après l'essai.



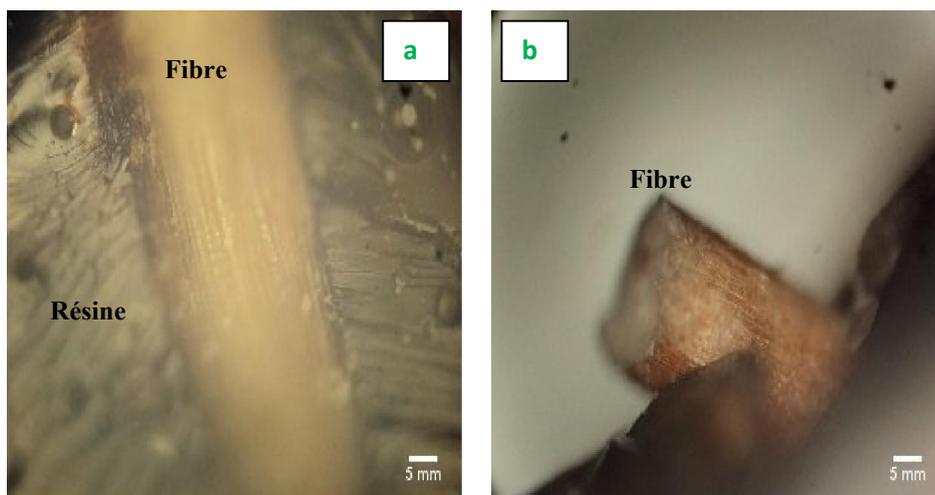
**Figure III.31** : Surfaces de rupture des composites POL et EPL (x10).

La **Figure III.32** représente les faciès de rupture du composite POL et EPL. La photographie **(a)** montre une rupture longitudinale de la fibre de palmier dattier, la photographie **(b)** montre une rupture transversale de la fibre et la photographie **(c)** montre une rupture dans les deux directions longitudinale et transversale en même temps.



**Figure III.32** : Surfaces de rupture de la fibre (x20).

La **Figure III.33** représente les faciès de rupture. Les photographies **(a)** et **(b)** montrent des déchaussements des fibres, et l'aspect de la fibre présentant une surface parfaitement lisse sans présence de matrice résiduelle synonyme d'une mauvaise adhésion de la fibre avec la résine (mauvaise mouillabilité).



**Figure III.33** : Déchaussement et décohésion de la fibre (x10)

### III.5. Synthèse

Le renforcement ou l'ajout de la fibre végétale courte, qui est dans notre cas la fibre du Lif de palmier dattier, modifie d'une façon remarquable le comportement mécanique du composite par rapport à la résine polymère seule. Ce cas de figure est observé dans la réponse en traction des composites Lif-polypropylène, Lif-polyester et Lif-époxy. En effet, les résines polymère (résine thermoplastique et thermodurcissable) présente une déformation à la rupture élevé par rapport aux fibres du Lif, ce qui se traduit dans les cas des composites à renforts fibres courtes par une rupture plus fragile. Alors que le module d'élasticité  $E$  du composite est élevé que celui du polymère vierge. D'autre part, la résistance maximale du composite est parfois plus faible que celle du polymère non renforcé. Ceci est lié à la microstructure du composite qui est déterminée ou influencée par la procédure de mise en œuvre et de sa constitution.

## References

- [1] A. Sbiai, H. Kaddami, E. Fleury, A. Maazouz, F. Erchiqui, A. Koubaa, J. Soucy, and A. Dufresne, "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, pp. 684-691, 2008.
- [2] A. Sbiai, "Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres," Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2011.
- [3] A. Abdal-Hay, N. P. G. Suardana, K.-S. Choi, and J. K. Lim, "Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites," *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, vol. 13, pp. 1199-1206, 2012.
- [4] N. Berrou, L. Sedira, B. Guerira, and Y. Djebbloun, "Elaboration et caractirisation mécanique d'un bio-composite (PVC-Fibre de palmier dattier)," presented at the 2ème journée Euro-Maghrébine sur les bio-composite université de Biskra, Algerie, 2014.
- [5] K. M. Zadeh, D. Ponnamma, and M. A. A. Al-Maadeed, "Date palm fibre filled recycled ternary polymer blend composites with enhanced flame retardancy," *Polymer Testing*, vol. 61, pp. 341-348, 2017.
- [6] T. Djoudi, M. Hecini, Y. Djebbloun, and H. Djemai, "Caractirisation mécanique des matériaux bio-composites à base de fibres de palmier dattier," presented at the First Arab Conference on Mechanical Engineering (ARCME'17), université de Biskra, Algérie, 2017.
- [7] M. Boumhaout, L. Boukhattem, H. Hamdi, B. Benhamou, and F. A. Nouh, "Thermomechanical characterization of a bio-composite building material: Mortar reinforced with date palm fibers mesh," *Construction and Building Materials*, vol. 135, pp. 241-250, 2017.
- [8] T. Masri, H. Ounis, L. Sedira, A. Kaci, and A. Benchabane, "Characterization of new composite material based on date palm leaflets and expanded polystyrene wastes," *Construction and Building Materials*, vol. 164, pp. 410-418, 2018.
- [9] A. M. Poulouse, A. Y. Elnour, A. Anis, H. Shaikh, S. Al-Zahrani, J. George, M. I. Al-Wabel, A. R. Usman, Y. S. Ok, and D. C. Tsang, "Date palm biochar-polymer composites: An investigation of electrical, mechanical, thermal and rheological characteristics," *Science of The Total Environment*, vol. 619, pp. 311-318, 2018.

# Chapiter IV.

## Caractérisation du bio-composite par une technique d'homogénéisation

### *Sommaire*

---

	<b>Introduction.....</b>	85
<b>IV.1</b>	<b>Méthodologie de l'homogénéisation.....</b>	86
IV.1.1	La représentation.....	86
IV.1.2	La localisation.....	87
IV.1.3	L'homogénéisation.....	88
<b>IV.2</b>	<b>Modèles d'homogénéisation.....</b>	88
IV.2.1	Bornes de Voigt et Reuss.....	88
IV.2.2	Modèle d'Eshelby.....	89
IV.2.3	Modèle auto-cohérent.....	89
IV.2.4	Modèle de Mori-Tanaka.....	90
<b>IV.3</b>	<b>Etude d'analyse d'une surface élémentaire représentative par une méthode d'imagerie.....</b>	93
<b>IV.4</b>	<b>Algorithme de la technique d'homogénéisation.....</b>	94
<b>IV.5</b>	<b>Application de la technique d'homogénéisation.....</b>	96
IV.5.1	Traitement numérique de la SER.....	96
IV.5.2	Caractéristiques mécaniques des constituants.....	96
IV.5.3	Résultats et discussion.....	97
<b>IV.6</b>	<b>Synthèse.....</b>	100
	<b>Références.....</b>	101

---

## Introduction

Depuis plusieurs décennies, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans différents domaines pour alléger les structures mécaniques. C'est le cas de l'industrie aéronautique, pièces mécanique et structure du bâtiment.

Avant d'envisager l'utilisation de matériaux composites pour fabriquer des structures mécaniques complexes (pièces mécaniques et coques aéronautiques), il est nécessaire de développer des modèles appropriés, pour parvenir à modéliser les comportements mécaniques de ces matériaux. La méthode retenue dans ce travail de thèse est celle de l'homogénéisation analytique. Il existe de nombreuses méthodes d'homogénéisation numérique, mais le modèle recherché doit être rapide, facilement applicable et basé sur des définitions physiques pour faciliter l'étape de pré-dimensionnement. L'homogénéisation analytique est adaptée à l'optimisation de matériaux composites et permet d'obtenir rapidement des estimations des propriétés effectives. Le milieu homogène équivalent ainsi obtenu, peut être introduit dans des modèles numériques, afin d'étudier le comportement de structures complètes en évitant de modéliser la microstructure des matériaux utilisés.[1]

Les méthodes d'homogénéisation sont des outils efficaces pour la détermination du comportement mécanique des matériaux composites en fonction de ses constituants.

La prédiction du comportement mécanique des matériaux composites à fibres courtes par les techniques d'homogénéisation est devenu un outil privilégié et accessible à la mécanique des matériaux hétérogènes. Il s'impose pour le calcul des composants industriels dont la taille est de l'ordre de grandeur de celle des hétérogénéités, en particulier dans le cas d'une microstructure aléatoire. Diverses approches micromécaniques ont été développées pour prédire les propriétés élastiques des matériaux composites renforcés par des fibres courtes.

Dans ce chapitre, on propose une méthode analytique et morphologique d'homogénéisation pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau composite renforcé par des fibres courtes du Lif de palmier dattier. Cette étude est effectuée en deux étapes. La première étape consiste à analyser l'image d'une surface élémentaire représentative des échantillons du matériau par un outil de traitement d'image pour déterminer tous les paramètres de l'inclusion. Ensuite, la deuxième étape consiste à utiliser le modèle d'homogénéisation de Mori-Tanaka pour calculer la matrice de rigidité du matériau.

### IV.1. Méthodologie de l'homogénéisation

L'objectif de l'étude est la mise en place d'un modèle de prédiction des propriétés mécaniques des matériaux composites à partir d'une technique d'homogénéisation. Cette technique nécessite de procéder en trois étapes d'opérations qui sont:

- Etape de représentation où la constitution du volume élémentaire représentatif (VER) défini mécaniquement par les lois de comportement des constituants et géométriquement par leurs formes ou leurs distributions.
- Etape de localisation qui permet de formaliser le lien entre la réponse mécanique à l'échelle microscopique et à l'échelle macroscopique.
- Etape d'homogénéisation où la représentation et la localisation sont utilisées pour construire la loi de comportement du volume élémentaire représentatif.

#### IV.1.1. La représentation

Cette étape identifie et caractérise les différents constituants du matériau composite pour permettre de préciser les échelles macroscopiques et microscopiques du volume élémentaire représentatif. Dans le VER, les constituants du matériau composite sont considérés comme des milieux homogène et continu avec des propriétés spécifiques [2].

Le VER est constitué de la matrice est un nombre  $n$  de phases relatives aux fibres. Une phase est défini par une famille de fibres ayant les mêmes propriétés mécaniques, la même géométrie, et la même orientation (**Figure IV.1**).

Toutes les propriétés mécaniques à l'échelle microscopique (matrice de rigidité) désignant la matrice sont notées avec l'indice « 0 ». L'indice «  $i$  » est utilisé pour les autres phases ( $i=1$  à  $n$ ). Elles sont aussi des attributs de l'échelle macroscopique qui décrivent la microstructure. On utilise classiquement, la fraction volumique de chaque phase de fibres, notée  $f^i$ , qui vérifie dans le VER les relations suivantes [2]:

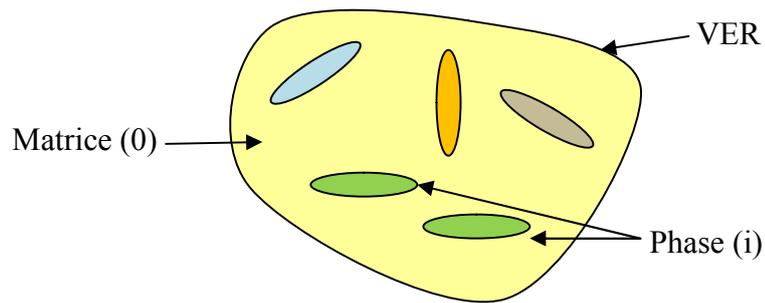
$$V_m + V_f = 1 \quad \text{IV.1}$$

$$V_f = \sum_{i=1}^n f^i \quad \text{IV.2}$$

Avec :

$V_m$  : fraction volumique de la matrice ;

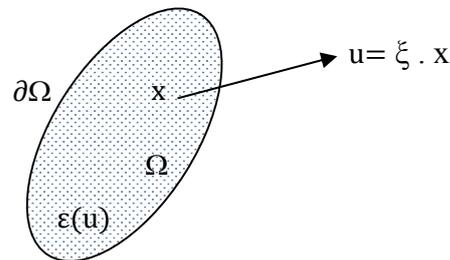
$V_f$  : fraction volumique des fibres.



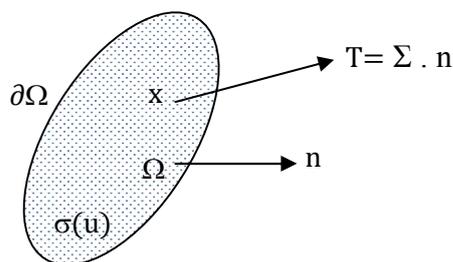
**Figure IV.1:** Représentation du VER.

#### IV.1.2. La localisation

Les relations entre les grandeurs microscopiques ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ) et macroscopiques ( $\Sigma$ ,  $\xi$ ) sont obtenues par la résolution d'un problème posée sur le domaine  $\Omega$  occupée par le VER. On formule un problème soit de contraintes homogènes (solicitation homogène en contrainte) soit de déformations homogènes (solicitation homogène en déformation) au contour  $\partial\Omega$  du VER [3].



**Figure IV.2:** Conditions de déformations homogènes au contour



**Figure IV.3:** Conditions de contrainte homogène au contour

Le champ de déformation microscopique  $\varepsilon$  associé au champ de déplacement dépend linéairement de la valeur du tenseur de déformation homogène macroscopique appliqué  $\xi$ , ce qui s'écrit :

$$\varepsilon_i = A^i \cdot \xi \quad \text{IV.3}$$

Où  $A$  est un tenseur du quatrième ordre, appelé tenseur de localisation en déformation.

Le champ de concentration microscopique  $\sigma$  associé au champ de concentration des contraintes dépend linéairement de la valeur du tenseur de contraintes homogène macroscopique appliqué  $\Sigma$ , ce qui s'écrit :

$$\sigma_i = B^i \cdot \Sigma \quad \text{IV.4}$$

Où  $B$  est un tenseur d'ordre quatre, appelé le tenseur de localisation en contrainte.

### IV.1.3. L'homogénéisation

Cette étape permet finalement de déterminer le comportement effectif du matériau hétérogène en effectuant le passage des grandeurs locales aux grandeurs macroscopiques [2]. Par exemple, dans l'étude d'une propriété des matériaux composites, la matrice de rigidité  $C_c$  et de souplesse  $S_c$  va se modéliser de la façon suivante :

$$C_c = C_m + \sum_{i=1}^n f^i (C^i - C_m) : A^i \quad \text{IV.5}$$

$$S_c = S_m + \sum_{i=1}^n f^i (S^i - S_m) : B^i \quad \text{IV.6}$$

Où :

$C_m$  et  $C^i$  : sont les matrices de rigidité de la matrice et de la phase « i » respectivement ;

$n$  : le nombre de phases présentes dans le composite ;

$(:)$  : Produit contracté ;

$S_m$  et  $S^i$  : sont respectivement les matrices de souplesse de la matrice et de la phase « i ».

## IV.2. Modèles d'homogénéisation

### IV.2.1. Bornes de Voigt et Reuss

Les approximations de Voigt (1889) et Reuss (1929) ont été obtenues en modélisant les propriétés élastiques (tenseur de rigidité  $C$  ou de souplesse  $S$ ) de matériaux composites. L'approximation de Voigt considère que les déformations sont uniformes dans le matériau alors que celle de Reuss considère que ce sont les contraintes qui sont uniformes. On peut également montrer que ces deux approximations forment des bornes du tenseur effectif. Ces bornes sont optimales car elles sont atteintes dans le cas de microstructures stratifiées. [1, 2]

Les formules IV.7 et IV.8 donnent respectivement le tenseur de rigidité et le tenseur de souplesse en fonction de ceux des composantes des matériaux composites et les fractions volumiques.

$$C_{Voigt} = (1 - f_m)C_m + \sum_{i=1}^n f^i C^i \quad \text{IV.7}$$

$$S_{Reuss} = (1 - f_m)S_m + \sum_{i=1}^n f^i S^i \quad \text{IV.8}$$

### IV.2.2. Modèle d'Eshelby

Le théorème d'Eshelby (1957) est considéré comme la première méthode d'homogénéisation développée pour les matériaux composites. Un des cas célèbres traité par Eshelby est la perturbation mécanique due à une inclusion ellipsoïdale plongée dans un milieu infinie et uniforme. Dans le cas où l'inclusion et la matrice ont un comportement linéaire élastique, et si le milieu est soumis à un chargement uniforme, le champ de contrainte et de déformation sont uniformes dans l'inclusion. Ces champs peuvent être calculé analytiquement au moyen d'intégrales elliptiques [4]. Ce résultat est le fondement de la plupart des approximations des milieux effectifs, qui permettent de déterminer les propriétés mécaniques d'un milieu hétérogène en considérant celui-ci comme un milieu homogène. La matrice de rigidité estimée par le modèle d'Eshelby est donnée par [2]:

$$C_{Esh} = C_m + \sum_{i=1}^n f^i (C^i - C_m) : [I + S_{Esh}^i : S_m : (C^i - C_m)]^{-1} \quad \text{IV.9}$$

L'absence de prise en compte des interactions entre les inclusions limite l'utilisation de cette méthode à de faibles fractions volumiques. Elle permet cependant d'obtenir, pour des géométries particulières, des expressions analytiques simples [2].

### IV.2.3. Modèle auto-cohérent

Dans ce modèle, nous supposons que tous les renforts sont plongés dans le milieu homogène équivalent de propriété effective décrite par la matrice de rigidité  $C_{AC}$  que nous souhaitons évaluer [5]. L'estimation auto-cohérente est aussi appelée estimation de Bruggeman en électromagnétisme (Bruggeman 1935 et Sihvola 1999). Dans le cas d'un composite isotrope à n constituants (phases) isotropes [1], la matrice de rigidité estimée par le modèle auto-cohérent est donnée par :

$$C_{AC} = C_m + \sum_{i=1}^n f^i (C^i - C_m) L^i \quad \text{IV.10}$$

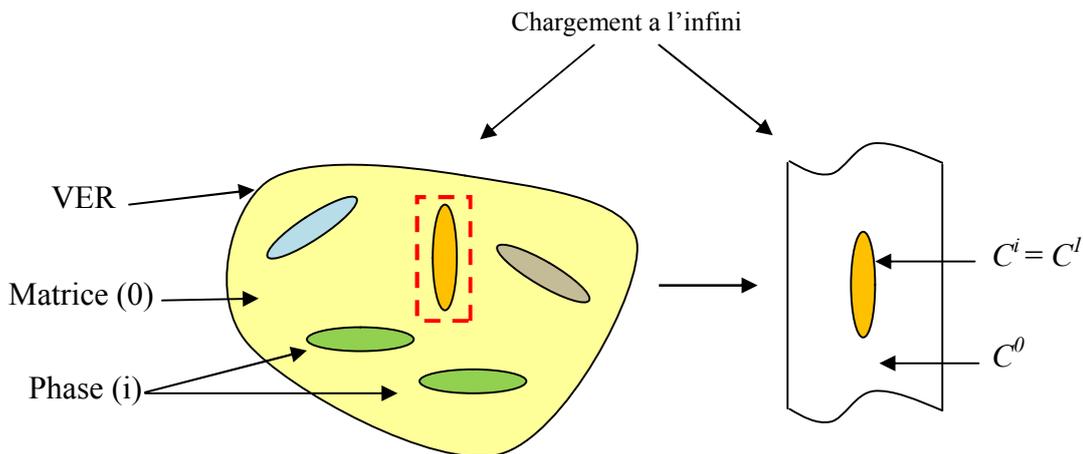
Le tenseur de localisation des déformations pour le renfort « i » s'écrit au moyen du tenseur d'Eschelby ( $S^i_{Esh}$ ).

$$L^i = [I + S^i_{Esh} (C_{AC})^{-1} (C^i - C_{AC})]^{-1} \quad \text{IV.11}$$

Cette formulation de  $C_{AC}$  est implicite. Une méthode usuelle est d'utiliser une méthode itérative de point fixe en initialisant  $C_{AC}$  par les bornes de Voigt et Reuss ou bien par le modèle de Mori-Tanaka. Il existe également de façon analogue des formulations de ce modèle dans le cas de la conductivité thermique. C'est un modèle très utilisé pour les matériaux de type polycristaux ou plus généralement pour les milieux granulaires [5].

#### IV.2.4. Modèle de Mori-Tanaka

Ce modèle introduit par Mori et Tanaka en 1973 est défini pour un matériau composite élastique linéaire à deux milieux (matrice et renfort) supposés homogènes. Mori-Tanaka considèrent que le renfort est noyé dans un milieu infini ayant les propriétés de la matrice. L'ensemble est soumis à l'infini à la déformation moyenne de la matrice in situ dans le composite. La méthode permet de calculer la contrainte moyenne et l'énergie cinétique stockée dans la matrice. Dans ce modèle, le VER est soumis à l'infini à la déformation moyenne de la matrice (Figure IV.4).



**Figure IV.4** : Méthode de Mori-Tanaka : représentation du problème élémentaire.

Le tenseur de rigidité du matériau équivalent  $C_c$  est donné par la relation suivante [6]:

$$C_c = C_0 \left[ I + \left( \sum_{i=1}^n f^i L^i \right) \left( I + \sum_{i=1}^n f^i (S_{Esh}^i - I) L^i \right)^{-1} \right]^{-1} \quad \text{IV.12}$$

Où :

$L^i$  le pseudo-tenseur de localisation de la phase « i » donné par l'expression suivante :

$$L^i = \left[ (C^i - C_0) S_{Esh}^i + C_0 \right]^{-1} (C^i - C_0) \quad \text{IV.13}$$

$S_{Esh}^i$  représente le tenseur d'Eshelby de la phase « i » dans le repère local donné par l'expression suivante :

$$S_{Esh}^i = RT_i R^{-1} S_{Esh} R T_i^{-1} R^{-1} \tag{IV.14}$$

$S_{Esh}$  représente le tenseur d'Eshelby de la phase « i » dans le repère global [7] présent dans les équations (IV.9) est écrit sous la forme suivante :

$$S_{Esh} = \begin{pmatrix} S_{1111} & S_{1122} & S_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ S_{2211} & S_{2222} & S_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ S_{3311} & S_{3322} & S_{3333} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{2323} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{1313} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{1212} \end{pmatrix} \tag{IV.15}$$

Le tenseur d'Eshelby dépend plutôt de la géométrie des fibres et du coefficient du Poisson de la matrice. Dans notre cas, la géométrie de la fibre utilisée est sous forme cylindrique et de longueur courte. Le rapport de forme de la fibre rapport de la longueur au diamètre est supérieur à un. Les composants  $S_{ijkl}$  du tenseur d'Eshelby sont présentés dans l'Annexe 3.

Avec :

$T_i$  le tenseur de rotation de la famille i et  $R$  le tenseur de Reuter.

Pour une phase on considère que l'influence de l'orientation des fibres sur le comportement effectif du composite est présentée en introduisant les trois angles d'Euler  $(\Phi, \gamma, \Psi)$  (Figure IV.5).

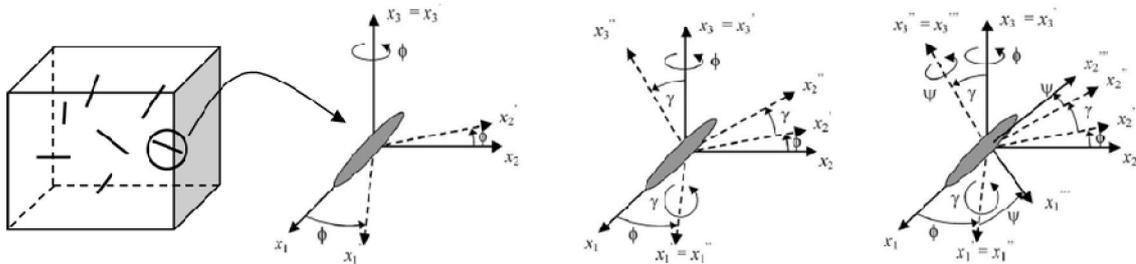
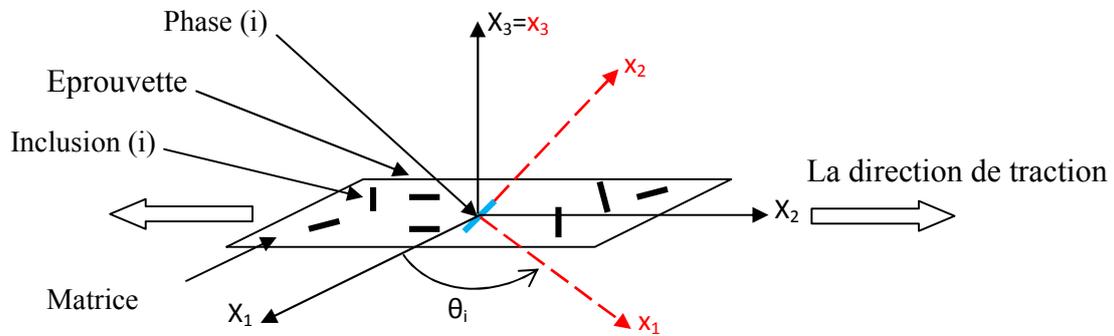


Figure IV.5 : Orientation effective de la fibre [8]

Dans notre cas, on va se limiter à une étude dans le plan en introduisant un seul angle variable  $\theta$ .  $\theta_i$  est l'angle que fait le grand axe de la phase d'orientation  $i$  et la direction de traction obtenu par la rotation autour de l'axe 3 (**Figure IV.6**).



**Figure IV.6** : Orientation de la phase (i) dans le plan.

Donc le tenseur de changement de base  $T_i$  de la phase (i) est écrit sous la forme suivante :

$$T_i = \begin{pmatrix} C^2 & S^2 & 0 & 0 & 0 & 2CS \\ S^2 & C^2 & 0 & 0 & 0 & -2CS \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C & -S & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S & C & 0 \\ -CS & CS & 0 & 0 & 0 & C^2 - S^2 \end{pmatrix} \quad \text{IV.16}$$

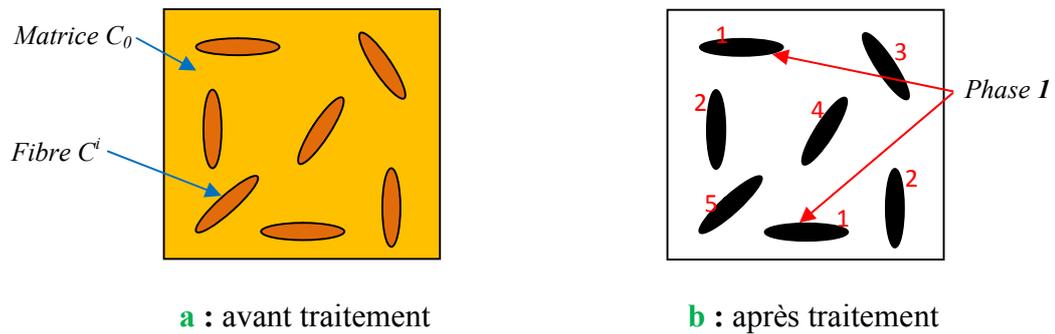
Avec:  $C = \cos(\theta_i)$  et  $S = \sin(\theta_i)$ .

Le tenseur de Reuter s'écrit sous la forme suivante :

$$R = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \end{pmatrix} \quad \text{IV.17}$$

### IV.3. Analyse de la surface élémentaire représentative par la technique d'imagerie numérique

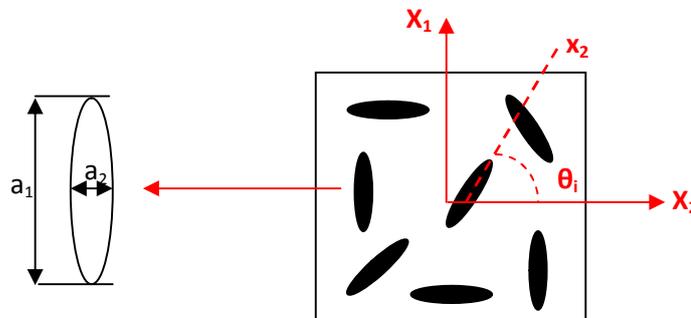
Cette analyse consiste à transformer la surface de la zone effective d'une éprouvette avant l'essai de traction, en une image numérique par différents outils de transformation (camera, scanner, microscope optique et microscope électronique....) pour déterminer le nombre de phase, la fraction surfacique et l'angle d'orientation de chaque phase «  $i$  » (**Figure IV.7**).



**Figure IV.7** : Photo numérique de SER

L'analyse de l'image numérique par le programme informatique développé sur Matlab permet d'extraire les informations intéressantes sur l'inclusion (**Figure IV.8**) :

- Dimension de l'inclusion (longueur et diamètre de la fibre),
- Orientation de l'inclusion par rapport à l'axe de traction  $X_2$ ,
- Nombre de phases,
- Fraction surfacique de chaque phase.



**Figure IV.8** : Les paramètres de l'inclusion

La fraction surfacique  $f^i$  de chaque phase « i » est le rapport entre la somme des surfaces d'inclusions de phase « i » sur la surface totale d'échantillon d'une surface élémentaire représentative (SER).

$$f^i = \frac{\Sigma \text{ de la surface d'inclusion de phase "i" }}{\text{la surface totale de la SER}} \quad \text{IV.18}$$

#### IV.4. L'algorithme de la technique d'homogénéisation

La première étape de l'algorithme consiste à analyser des surfaces élémentaires numériques représentant la microstructure du matériau composite pour déterminer les paramètres de l'inclusion. A partir de ces paramètres on détermine le tenseur d'Eshelby et le tenseur de localisation.

Dans la deuxième étape, on utilise le modèle de Mori-Tanaka pour déterminer les propriétés mécaniques du matériau composite en utilisant les résultats de la première étape. L'algorithme est programmé sous l'environnement Matlab selon l'organigramme de la **(Figure IV.9)**.

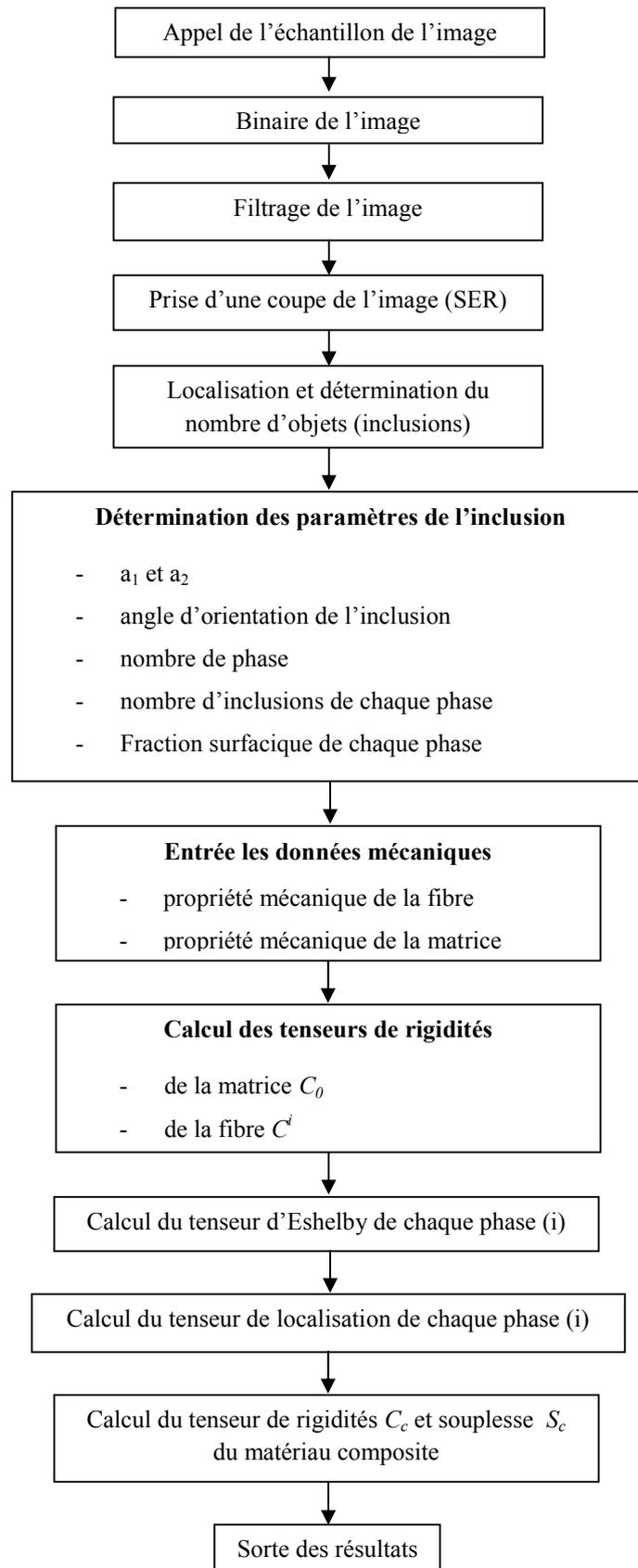


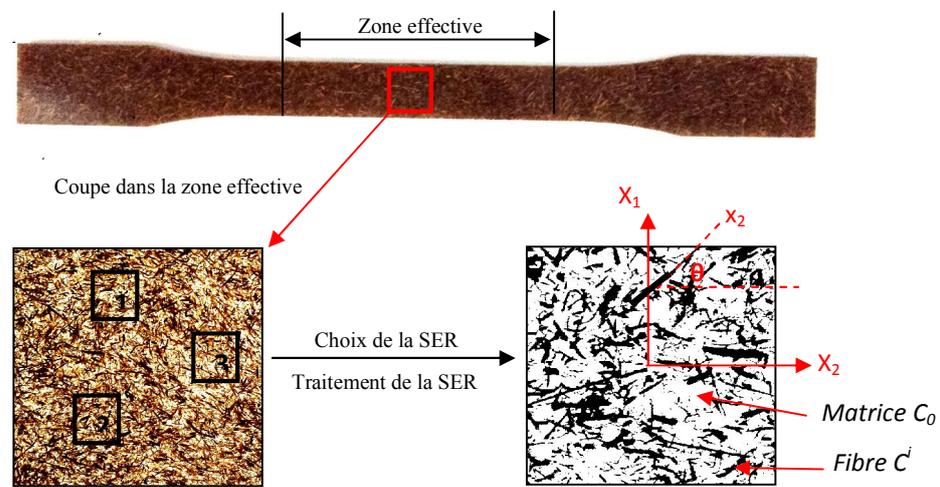
Figure IV.9 : Organigramme de la technique d'homogénéisation

## IV.5. Application de la technique d'homogénéisation

### IV.5.1. Traitement numérique de la SER

Le modèle présenté a été utilisé pour déterminer le comportement mécanique d'un matériau composite bi-phasique renforcé par des fibres végétales. Ce matériau se compose d'une matrice polymère renforcée par des fibres courtes du Lif du palmier dattier. Le comportement mécanique de la matrice et des fibres est considéré isotrope.

La **Figure IV.10** présente la prise de la photo numérique de la SER de l'éprouvette en matériau composite et le protocole de traitement de cette SER dans une base  $(X_1, X_2)$ . L'axe  $X_2$  est orienté dans la direction de traction.



**Figure IV.10** : Protocole du traitement d'une SER

### IV.5.2. Caractéristiques mécaniques des constituants

Le tenseur de rigidité de la résine est sous la forme suivante :

$$C_0 = \begin{pmatrix} \lambda_m + 2\mu_m & \lambda_m & \lambda_m & 0 & 0 & 0 \\ \lambda_m & \lambda_m + 2\mu_m & \lambda_m & 0 & 0 & 0 \\ \lambda_m & \lambda_m & \lambda_m + 2\mu_m & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu_m & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu_m & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu_m \end{pmatrix} \quad \text{IV.19}$$

Où  $\mu_m$  et  $\lambda_m$  sont les coefficients de Lamé de la matrice qui sont exprimés par les relations suivantes :

$$\lambda_m = \frac{\nu_m E_m}{(1+\nu_m)(1-2\nu_m)} \text{ et } \mu_m = \frac{E_m}{2(1+\nu_m)} \quad \text{IV.20}$$

$E_m$  et  $\nu_m$  sont le module de Young et le coefficient de Poisson de la matrice.

Le tenseur de rigidité de la fibre est donné par l'expression suivante :

$$C_f = \begin{pmatrix} \lambda_f + 2\mu_f & \lambda_f & \lambda_f & 0 & 0 & 0 \\ \lambda_f & \lambda_f + 2\mu_f & \lambda_f & 0 & 0 & 0 \\ \lambda_f & \lambda_f & \lambda_f + 2\mu_f & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu_f & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu_f & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu_f \end{pmatrix} \quad \text{IV.21}$$

Où  $\mu_f$  et  $\lambda_f$  sont les coefficients de Lamé de la fibre qui sont déterminés par les relations suivantes :

$$\lambda_f = \frac{\nu_f E_f}{(1+\nu_f)(1-2\nu_f)} \text{ et } \mu_f = \frac{E_f}{2(1+\nu_f)} \quad \text{IV.22}$$

$E_f$  et  $\nu_f$  sont le module de Young et le coefficient du Poisson de la fibre.

Les caractéristiques mécaniques des différentes résines et de la fibre du Lif présentées dans le **Tableau IV.1** sont déterminées expérimentalement par les essais mécaniques.

Constituants	Module de Young (MPa)	Coefficient de Poisson (/)
polypropylène PP	622.043	0.4*
Polyester	737.181	0.4*
Epoxy	365.167	0.4*
Fibres de Lif	4160	0.115

(\*) Source : référence [9]

**Tableau IV.1** : Caractéristiques élastiques des constituants

### IV.5.3. Résultats et discussion

L'analyse de quelques surfaces différentes élémentaires représentatives dans la zone effective des éprouvettes en composites (PPL, POL et EPL) à 4% de renfort, par la technique d'imagerie a permis d'obtenir pour chaque cas le nombre de phase et les paramètres des inclusions de chaque phase. Ces résultats sont présentés dans le **Tableau IV.2**.

Composites	PPL4	POL04	EPL04
Nombre de phase n	71	11	79
Angle d'orientation $\theta_i$	$-89^\circ < \theta_i < 90^\circ$	$-41^\circ < \theta_i < 90^\circ$	$-81^\circ < \theta_i < 84^\circ$
Fraction surfacique de chaque phase $f^i$	$0.20 < f^i < 0.40$	$0.20 < f^i < 0.36$	$0.13 < f^i < 0.53$

**Tableau IV.2** : Paramètre des phases des composites

Les caractéristiques mécaniques du **Tableau IV.1** et les paramètres d'inclusion de phase du **Tableau IV.2** sont introduits dans le modèle de Mori-Tanaka qui a permis d'obtenir les matrices de souplesse des composites sous la forme suivantes :

- Matrice de souplesse du composite Lif-polypropylène à 4% de renfort

$$S_c = \begin{pmatrix} 0.0012 & -0.0005 & -0.0004 & 0 & 0 & -0.0001 \\ -0.0005 & 0.0014 & -0.0006 & 0 & 0 & -0.0005 \\ -0.0004 & -0.0006 & 0.0013 & 0 & 0 & 0.0005 \\ 0 & 0 & 0 & 0.0033 & -0.0004 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -0.0004 & 0.0030 & 0 \\ -0.0001 & -0.0005 & 0.0005 & 0 & 0 & 0.0047 \end{pmatrix}$$

- Matrice de souplesse du composite Lif-polyester à 4% de renfort

$$S_c = \begin{pmatrix} 0.0012 & -0.0005 & -0.0004 & 0 & 0 & 0.0001 \\ -0.0005 & 0.0012 & -0.0004 & 0 & 0 & 0.0002 \\ -0.0004 & -0.0004 & 0.0011 & 0 & 0 & -0.0003 \\ 0 & 0 & 0 & 0.0031 & 0.0005 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.0005 & 0.0030 & 0 \\ 0.0001 & 0.0002 & -0.0003 & 0 & 0 & 0.0037 \end{pmatrix}$$

- Matrice de souplesse du composite Lif-époxy à 4% de renfort

$$S_c = \begin{pmatrix} 0.0022 & -0.0008 & -0.0009 & 0 & 0 & 0.0002 \\ -0.0008 & 0.0025 & -0.0011 & 0 & 0 & 0.0009 \\ -0.0009 & -0.0011 & 0.0025 & 0 & 0 & -0.0009 \\ 0 & 0 & 0 & 0.0057 & 0.0003 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.0003 & 0.0056 & 0 \\ 0.0002 & 0.0009 & -0.0009 & 0 & 0 & 0.0089 \end{pmatrix}$$

Ces résultats représentent un seul cas des différentes surfaces (SER) obtenu à partir de plusieurs positions de SER sur la zone effective de l'éprouvette choisie.

D'après les matrices de souplesses les deux modules d'élasticités ( $E$  et  $G$ ) et le coefficient de Poisson  $\nu$  sont calculés à partir des relations suivantes :

$$E = \frac{1}{S_{1111}} \quad \text{IV.23}$$

$$G = \frac{1}{S_{1212}} \quad \text{IV.24}$$

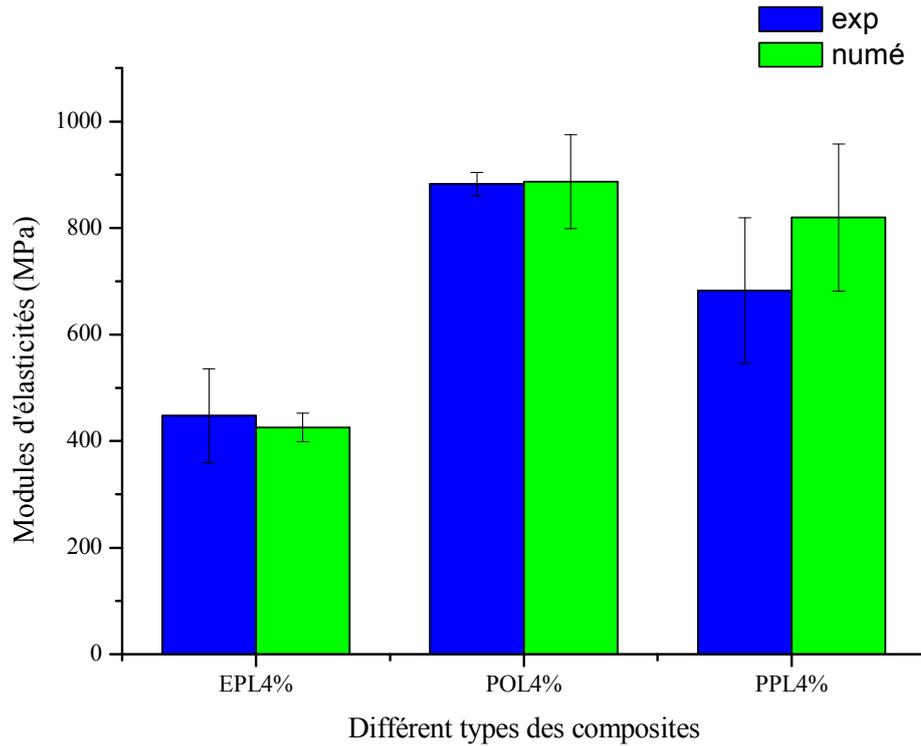
$$\nu = -\frac{S_{1122}}{S_{1111}} \quad \text{IV.25}$$

Le **Tableau IV.3** représente la comparaison entre les modules d'élasticités obtenu par la technique d'homogénéisation et les résultats expérimentaux.

Composites	expérimental		numérique	
	E (MPa)	E (MPa)	G (MPa)	$\nu$ (/)
PPL4	682.83±136.80	819.86±138.03	217.27±43.34	0.410±0.063
POL4	882.41±21.70	886.96±88.38	289.06±7.61	0.46±0.02
EPL4	447.70±88.33	425.83±27.1	140.35±25.51	0.45±0.11

**Tableau IV.3** : Les caractéristiques mécaniques des composites

La **Figure IV.11** montre clairement que les valeurs de module d'élasticité obtenues par la technique d'imagerie et le modèle de Mori-Tanaka sont de même ordre de grandeur que les résultats expérimentaux.



**Figure IV.11** : Comparaison du module d'élasticité numérique et expérimental

#### IV.6. Synthèse

L'objectif principal de cette étude analytique a été de déterminer le comportement mécanique d'un matériau composite renforcé par des fibres courtes orienté aléatoirement dans le plan. Nous avons développé un code sous Matlab qui permet dans un premier temps d'analyser les échantillons d'une microstructure (SER) pour donner les paramètres des inclusions (fibres) relatifs à leur dispersion et leur localisation dans la matrice. Dans le deuxième temps, le code utilise ces paramètres ainsi que la caractéristique mécanique de la matrice et de fibre pour déterminer la matrice de rigidité du composite par le modèle de Mori-Tanaka.

L'application de cette technique d'homogénéisation aux cas de trois types de composites a donné des résultats satisfaisants.

**Références**

- [1] V. Préault, "Méthodes d'homogénéisation pour la modélisation électromagnétique de matériaux composites. Application au blindage de boîtiers d'équipement électronique," Thèse de doctorat, Paris 11, France, 2013.
- [2] A. Benhizia, "OPTIMISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE EN DOMAINE NON LINEAIRE DES MATERIAUX COMPOSITES PAR TECHNIQUE D'HOMOGENEISATION," Thèse de doctorat, Université de Batna 2, 2015.
- [3] Q. V. Huynh, "Estimation des propriétés poromécaniques effectives des argilites: apport des méthodes d'homogénéisation," Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine-INPL, France, 2006.
- [4] J. D. Eshelby, "The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems," in *Proc. R. Soc. Lond. A*, 1957, pp. 376-396.
- [5] S. Lemaitre, "Modélisation des matériaux composites multiphasiques à microstructures complexes. Étude des propriétés effectives par des méthodes d'homogénéisation," Thèse de doctorat, Université de CAEN Normandie, France, 2017.
- [6] A. Elouaer, "Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales," Thèse de doctorat, Reims, France, 2011.
- [7] T. Mura, *Micromechanics of defects in solids*, second, revised ed.: Martinus, Nijhoff, Boston, USA, 1987.
- [8] H. Djemai, "Contribution à l'étude de l'endommagement dans les matériaux composites sandwichs," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 2017.
- [9] <http://www.technologuepro.com/cours-genie-mecanique/cours-19-proprietes-materiaux/>. (14/03/2018).

# Conclusion générale

## *Sommaire*

---

<b>Conclusion.....</b>	<b>103</b>
<b>Perspectives.....</b>	<b>104</b>

---

## Conclusion

L'objectif de ce travail présente les résultats préliminaires d'une étude expérimentale du comportement mécanique d'une fibre de palmier dattier (*Phoenix dactylifera*). L'étude présentée dans ce document représente une première étape d'un projet global qui vise la conception et le développement de nouveaux matériaux composites renforcé par des fibres de palmier dattier principalement adaptés à la conception mécanique dans le domaine du transport (accessoire automobile) et emballage,...

La recherche bibliographique effectuée au début de cette thèse a été dédiée à l'état de l'art sur la structure et la composition chimique des matériaux végétaux qui affectent leurs propriétés physico-chimiques. En outre, les différents constituants des matériaux végétales (bois, fibres, liège de certaines arbres,...) peuvent être exploités dans plusieurs applications industriels tels que l'automobile, géotextile, les matériaux de construction et d'isolation thermique. Par ailleurs, des études antérieures montrent que le bois et la fibre du palmier dattier sont des matériaux utilisables dans le domaine industriel et dans le domaine du bâtiment.

Trois grands sujets ont été plus particulièrement abordés et étudiés au cours de ce travail. Tout d'abord, une étude d'identification d'une fibre du Lif de différents types de palmier dattier (Deglet Nour, Elghers, Deglet Beida, Mach Deglet et Dhokar), par des essais de traction et de torsion pour déterminer les propriétés mécaniques (module élasticité, module de cisaillement et coefficient de poisson). Deux procédés de mise en œuvre ont été utilisés pour élaborer des matériaux composites (Lif-polypropylène, Lif-polyester et Lif-époxy) avec différent taux de renfort. Pour ce faire, nous avons procédé à l'élaboration des plaques par le moulage de compression à chaud et le moulage à contact. Ces matériaux ont été caractérisés par d'essais de traction. Par la suite, des techniques d'homogénéisation analytique d'imagerie ont été développées pour analyser une surface élémentaire représentative, et déterminé la matrice de rigidité du composite.

A partir de l'étude expérimentale et analytique, nous avons obtenu les résultats suivants :

Les résultats de la première étude indiquent que la fibre Lif peut être utilisée comme les autres fibres végétales. La faible densité et les propriétés spécifiques intéressantes de la fibre du Lif indiquent la possibilité de l'utiliser comme renfort dans les matériaux composites pour diverses utilisations industrielles. Les résultats du coefficient de Poisson montrent l'efficacité de la méthode utilisée pour déterminer ce paramètre important.

Le renforcement ou l'ajout de la fibre végétale courte, qui est dans notre cas la fibre du Lif de palmier dattier, modifie d'une façon remarquable le comportement mécanique du composite par rapport à la résine polymère seule. Ce cas de figure est observé dans la réponse en traction des composites Lif-polypropylène, Lif-polyester et Lif-époxy. En effet, les résines polymères (thermoplastique et thermodurcissable) présentent une déformation à la rupture élevée par rapport aux fibres du Lif, ce qui se traduit dans les cas des composites à renforts fibres courtes par une rupture plus fragile. Alors que le module élastique  $E$  du composite est élevé que celui du polymère vierge. D'autre part, la résistance maximale du composite est parfois plus faible que celle du polymère non renforcé. Ceci est relié à la microstructure du composite qui est déterminée ou influencée par la procédure de mise en œuvre et de sa constitution.

La forme rectangulaire de l'éprouvette a conduit à une concentration de contraintes dans la zone d'accrochage des mors, ce qui a provoqué des ruptures prématurées dans les extrémités des éprouvettes. Pour y remédier, on a découpé des éprouvette en forme d'haltère à l'aide d'une machine découpe laser. Le découpage par laser c'est une bonne technique pour éviter les problèmes du découpage.

L'analyse par microscope optique a permis de vérifier l'homogénéité de la structure du matériau composite. D'autre par, a donné le scénario de la rupture dans les surfaces endommagées.

L'objectif principal de la dernière étude à été de déterminer le comportement mécanique d'un matériau composite renforcé par des fibres courtes orienté aléatoirement. Dans un premier lieu nous avons développé un code de calcul sous Matlab pour analyser les échantillons d'une microstructure telle que la dispersion des fibres dans la matrice et la localisation des fibres. Dans la deuxième étape, on a déterminé la matrice de rigidité par le modèle de Mori-Tanaka. Ensuite on a calculé les propriétés mécaniques ( $E$ ,  $G$  et  $\nu$ ). Les résultats trouvés par cette méthode sont de même ordre de grandeur que les résultats expérimentaux.

### **Perspectives**

Comme perspectives futures à ce travail doctoral, nous cherchons des nouveaux matériaux composites à base de matrice et renfort biodégradable avec des propriétés mécaniques motivé.

L'amélioration de l'adhérence fibre-matrice par des traitements chimiques de la fibre doit être poursuivie pour obtenir un matériau composite bio-sourcé ayant des caractéristiques mécaniques intéressantes.

Enfin, On cherche des techniques spécifiques d'imagerie tridimensionnelle pour l'observation de la morphologie cachées au cœur du volume élémentaire représentatif. Ces techniques seront appliquées sur les composites à base de fibre de palmier dattier.

## **Annexe1.**

Les fiches techniques des polymères



## FICHE TECHNIQUE

# Scapa Polymerics 41

## Résine époxyde

### DESCRIPTION

Scapa 41 est une résine époxyde bi-composant, polymérisable à température ambiante, semi-rigide non chargée. La couleur du mélange est ambre.

### APPLICATIONS

- Pour l'isolation électrique des accessoires de câbles B T.
- Pour la protection mécanique des accessoires de câbles HTA.
- Protection contre l'humidité.

### AVANTAGES

- Conditionnée en bissac prêt à l'emploi. Proportions résine/durcisseur précises.
- Mélange aisé grâce aux proportions résine/durcisseur de 1/1.
- Polymérise même en milieu très humide sans formation de bulles.
- Temps de polymérisation adapté aux climats tempérés.
- Accrochage exceptionnel sur le PVC et le PE.
- Approuvée EDF (Type MPF 01-I et MPF-PM ) elle est conforme à la spécification UTE C 33-010.
- Après mélange dans le bissac le produit restant est totalement inerte.

## CARACTERISTIQUES TECHNIQUES

Propriétés	Unité	Valeur Nominale	Méthode de test
Viscosité de la résine à 25°C (Brookfield)	mPa.s	3500	ISO 2555
Viscosité du durcisseur à 25°C	mPa.s	3500	ISO 2555
Proportion de durcisseur pour 100g de résine	g	100	-
Densité du mélange à 25°C	-	1.04	ISO 3521
Durée de vie en pot pour 100g à 25°C	min.	25	UTE C 33-010
Dureté Shore A		95	ISO 868
Résistivité volumique	Ohm.m	$1 \times 10^{12}$	IEC 60093
Rigidité diélectrique	kV/mm	25	IEC 60243

## PRESENTATION STANDARD

- Conditionnée en bismacs.

Bismacs	Poids en g	Volume en cm <sup>3</sup>
41001	90	86
41002	190	183
41003	440	423
41004	513	493
41005	418	402

- Marque : Scapa

## RECOMMANDATIONS

Stocker à l'abri du gel, dans son emballage d'origine, à l'abri de l'humidité et à une température de préférence comprise entre +10°C et +30°C. La durée de stockage est de 2 ans.

**REPSOL  
YPF**

**ISPLEN<sup>®</sup>  
POLIPROPILENO**

## ISPLEN<sup>®</sup> PP 080 G2M

El **Isplen<sup>®</sup> PP 080 G2M** es un polipropileno homopolímero de fluidez alta dirigido a aplicaciones de moldeo por inyección. Se caracteriza por presentar una excelente procesabilidad que permite un llenado fácil de los moldes y ciclos cortos para piezas de gran tamaño.

El **Isplen<sup>®</sup> PP 080 G2M** es fácil de procesar en máquinas estándar de inyección en un amplio rango de temperaturas (210 – 260 °C) dependiendo del espesor de las paredes, la geometría de la pieza y otros parámetros de diseño. Los artículos fabricados con este grado tienen buenas propiedades mecánicas, alta resistencia química y facilidad de decoración.

### APLICACIONES

El **Isplen<sup>®</sup> PP 080 G2M** es ampliamente utilizado para inyectar artículos como:

- Pequeños contenedores domésticos.
- Envases rígidos.
- Recipientes para cosmética.
- Mobiliario de jardín y producto base para la preparación de compuestos.

PROPIEDADES	METODO	UNIDAD	VALOR
<b>Físicas</b>			
Índice de fluidez (230 °C; 2,16 kg)	ISO 1133	g/10 min	20
Densidad	ISO 1183	g/cm <sup>3</sup>	0,905
<b>Mecánicas</b>			
Módulo de Flexión	ISO 178	MPa	1600
Impacto Izod, con muesca (23 °C)	ISO 180	kJ/m <sup>2</sup>	3
Alargamiento en el punto de rotura	ISO 527	%	50
<b>Térmicas</b>			
Temperatura H.D.T.	ISO 75/B	°C	85
<b>Otras</b>			
Dureza Shore	ISO 868	Escala D	70

**Nota:** Los valores mostrados son medios y no deben ser tomados como especificaciones del producto. Están obtenidos a partir de probetas inyectadas y acondicionadas siguiendo procedimientos recogidos en normas ISO.

El **Isplen<sup>®</sup> PP 080 G2M** cumple con las normas de la FDA y las Directivas Europeas relativas al contacto de alimentos. Para información más detallada pueden dirigirse a nuestras Delegaciones Comerciales.

### ALMACENAMIENTO

El **Isplen<sup>®</sup> PP 080 G2M** debe almacenarse en ambiente seco, temperatura inferior a 60 °C y protegido de la radiación UV. El almacenamiento en condiciones no adecuadas puede iniciar procesos de degradación que influyen negativamente en la procesabilidad y en las propiedades del producto transformado.

Diciembre 2001

Esta publicación se da solamente a título orientativo. En cada caso el transformador será responsable de las condiciones de transformación, del uso final del producto y deberá tener en cuenta la posible existencia de patentes y derechos de la propiedad industrial.

**Oficinas centrales:**  
P.º de la Castellana, 280  
28046 Madrid  
España  
www.repsol-ypf.com/quimica

**Servicio de atención al cliente:**  
España Tel. 901 11 63 91  
Fax +34 91 348 8991  
Portugal: Tel. 800 55 55 55 11  
Fax +34 91 348 89 91  
América del Sur: Tel. +54 11 4329 20 49  
Fax +54-114-329-50-31

**E-mail**  
sac.quimica@repsol-ypf.com  
sac.portugal@repsol-ypf.com  
sac.americasur@repsol-ypf.com

**Laboratorios de asistencia técnica y desarrollo:**  
Tel. +34 91 348 8600  
atdquimica@repsol-ypf.com  
Embajadores 183  
28045 Madrid  
España

## **Annexe2.**

Les normes des éprouvettes

## Annex A (normative)

### Small specimens

If for any reason it is not possible to use a standard type 1 test specimen, specimens of the types 1BA, 1BB (see figure A.1), 5A or 5B (see figure A.2) may be used, provided that the speed of testing is adjusted to the value given in 5.1.2, table 1 of ISO 527-1:1993, which gives the nominal strain rate for the small test specimen closest to that used for the standard-sized specimen. The rate of nominal strain is the quotient

of the speed of testing (see 4.2 in ISO 527-1:1993) and the initial distance between grips. Where modulus measurements are required, the test speed shall be 1 mm/min. It may be technically difficult to measure modulus on small specimens because of small gauge lengths and short testing times. Results obtained from small specimens are not comparable with those obtained from type 1 specimens.

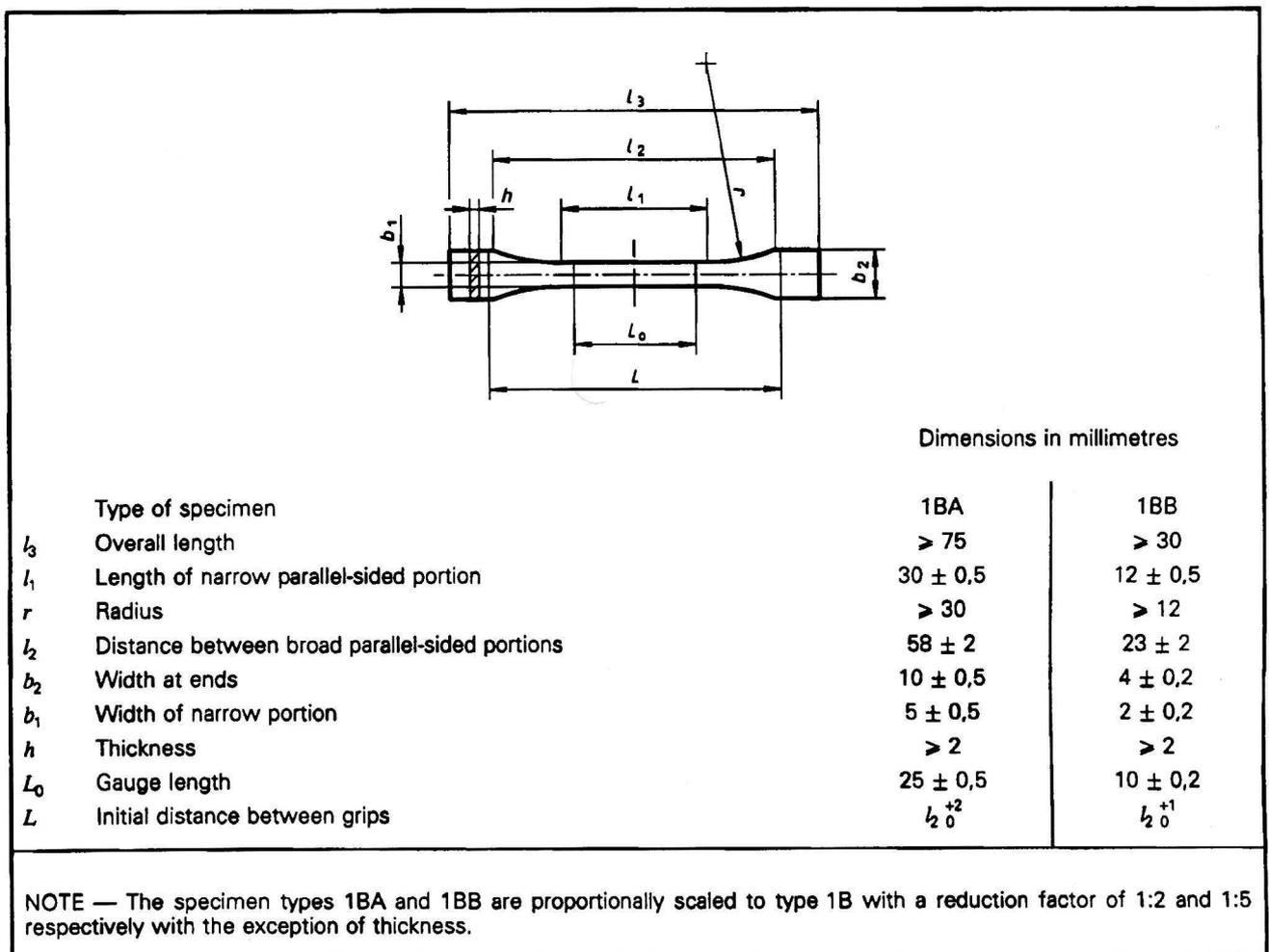
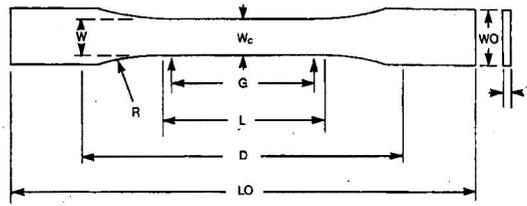
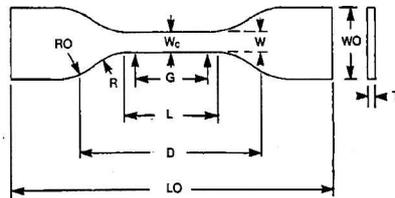


Figure A.1 — Test specimen types 1BA and 1BB

ASTM D 638 - 02a



TYPES I, II, III & V



TYPE IV

Specimen Dimensions for Thickness,  $T$ , mm (in.)<sup>A</sup>

Dimensions (see drawings)	7 (0.28) or under		Over 7 to 14 (0.28 to 0.55), incl		4 (0.16) or under		Tolerances
	Type I	Type II	Type III	Type IV <sup>B</sup>	Type V <sup>C,D</sup>		
$W$ —Width of narrow section <sup>E,F</sup>	13 (0.50)	6 (0.25)	19 (0.75)	6 (0.25)	3.18 (0.125)	$\pm 0.5$ ( $\pm 0.02$ ) <sup>B,C</sup>	
$L$ —Length of narrow section	57 (2.25)	57 (2.25)	57 (2.25)	33 (1.30)	9.53 (0.375)	$\pm 0.5$ ( $\pm 0.02$ ) <sup>C</sup>	
$W_O$ —Width overall, min <sup>G</sup>	19 (0.75)	19 (0.75)	29 (1.13)	19 (0.75)	...	+ 6.4 (+ 0.25)	
$W_C$ —Width overall, min <sup>G</sup>	...	...	...	...	9.53 (0.375)	+ 3.18 (+ 0.125)	
$L_O$ —Length overall, min <sup>H</sup>	165 (6.5)	183 (7.2)	246 (9.7)	115 (4.5)	63.5 (2.5)	no max (no max)	
$G$ —Gage length <sup>I</sup>	50 (2.00)	50 (2.00)	50 (2.00)	...	7.62 (0.300)	$\pm 0.25$ ( $\pm 0.010$ ) <sup>C</sup>	
$G'$ —Gage length <sup>I</sup>	...	...	...	25 (1.00)	...	$\pm 0.13$ ( $\pm 0.005$ )	
$D$ —Distance between grips	115 (4.5)	135 (5.3)	115 (4.5)	65 (2.5) <sup>J</sup>	25.4 (1.0)	$\pm 5$ ( $\pm 0.2$ )	
$R$ —Radius of fillet	76 (3.00)	76 (3.00)	76 (3.00)	14 (0.56)	12.7 (0.5)	$\pm 1$ ( $\pm 0.04$ ) <sup>C</sup>	
$R_O$ —Outer radius (Type IV)	...	...	...	25 (1.00)	...	$\pm 1$ ( $\pm 0.04$ )	

<sup>A</sup> Thickness,  $T$ , shall be  $3.2 \pm 0.4$  mm ( $0.13 \pm 0.02$  in.) for all types of molded specimens, and for other Types I and II specimens where possible. If specimens are machined from sheets or plates, thickness,  $T$ , may be the thickness of the sheet or plate provided this does not exceed the range stated for the intended specimen type. For sheets of nominal thickness greater than 14 mm (0.55 in.) the specimens shall be machined to  $14 \pm 0.4$  mm ( $0.55 \pm 0.02$  in.) in thickness, for use with the Type III specimen. For sheets of nominal thickness between 14 and 51 mm (0.55 and 2 in.) approximately equal amounts shall be machined from each surface. For thicker sheets both surfaces of the specimen shall be machined, and the location of the specimen with reference to the original thickness of the sheet shall be noted. Tolerances on thickness less than 14 mm (0.55 in.) shall be those standard for the grade of material tested.

<sup>B</sup> For the Type IV specimen, the internal width of the narrow section of the die shall be  $6.00 \pm 0.05$  mm ( $0.250 \pm 0.002$  in.). The dimensions are essentially those of Die C in Test Methods D 412.

<sup>C</sup> The Type V specimen shall be machined or die cut to the dimensions shown, or molded in a mold whose cavity has these dimensions. The dimensions shall be:

$W = 3.18 \pm 0.03$  mm ( $0.125 \pm 0.001$  in.),

$L = 9.53 \pm 0.08$  mm ( $0.375 \pm 0.003$  in.),

$G = 7.62 \pm 0.02$  mm ( $0.300 \pm 0.001$  in.), and

$R = 12.7 \pm 0.08$  mm ( $0.500 \pm 0.003$  in.).

The other tolerances are those in the table.

<sup>D</sup> Supporting data on the introduction of the L specimen of Test Method D 1822 as the Type V specimen are available from ASTM Headquarters. Request RR:D20-1038.

<sup>E</sup> The width at the center  $W_c$  shall be  $+0.00$  mm,  $-0.10$  mm ( $+0.000$  in.,  $-0.004$  in.) compared with width  $W$  at other parts of the reduced section. Any reduction in  $W$  at the center shall be gradual, equally on each side so that no abrupt changes in dimension result.

<sup>F</sup> For molded specimens, a draft of not over 0.13 mm (0.005 in.) may be allowed for either Type I or II specimens 3.2 mm (0.13 in.) in thickness, and this should be taken into account when calculating width of the specimen. Thus a typical section of a molded Type I specimen, having the maximum allowable draft, could be as follows:

<sup>G</sup> Overall widths greater than the minimum indicated may be desirable for some materials in order to avoid breaking in the grips.

<sup>H</sup> Overall lengths greater than the minimum indicated may be desirable either to avoid breaking in the grips or to satisfy special test requirements.

<sup>I</sup> Test marks or initial extensometer span.

<sup>J</sup> When self-tightening grips are used, for highly extensible polymers, the distance between grips will depend upon the types of grips used and may not be critical if maintained uniform once chosen.

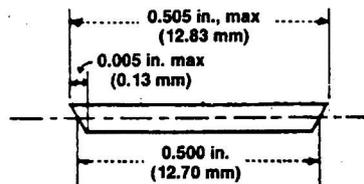


FIG. 1 Tension Test Specimens for Sheet, Plate, and Molded Plastics

specimens are to be exposed in a limited space (thermal and environmental stability tests, etc.). The Type IV specimen

should be used when direct comparisons are required between materials in different rigidity cases (that is, nonrigid and

## **Annexe3.**

Les composantes du tenseur d'Eshelby dans un milieu isotrope

## Annexe3.

### Les composantes du tenseur d'Eshelby dans un milieu isotrope

#### 2.1. Inclusion sphérique

Les composantes du tenseur d'Eshelby pour une inclusion sphérique est immergée dans un milieu isotrope infini sont écrit en détail dans ce cas par Mura :

$$S_{1111} = S_{2222} = S_{3333} = \frac{7 - 5\nu_m}{15(1 - \nu_m)};$$

$$S_{1122} = S_{1133} = S_{2211} = S_{2233} = S_{3311} = S_{3322} = \frac{5\nu_m - 1}{15(1 - \nu_m)};$$

$$S_{1212} = S_{2323} = S_{3131} = \frac{4 - 5\nu_m}{15(1 - \nu_m)}.$$

#### 2.2. Inclusion disque (penny shape)

Les composantes du tenseur d'Eshelby pour une inclusion est de forme disque (penny shape) sont données dans ce cas par Mura :

$$S_{1111} = S_{2222} = \pi\lambda \frac{(13 - 8\nu_m)}{32(1 - \nu_m)};$$

$$S_{3333} = 1 - \pi\lambda \frac{(1 - 2\nu_m)}{4(1 - \nu_m)};$$

$$S_{1122} = S_{2211} = \pi\lambda \frac{(8\nu_m - 1)}{32(1 - \nu_m)};$$

$$S_{1133} = S_{2233} = \pi\lambda \frac{(2\nu_m - 1)}{8(1 - \nu_m)};$$

$$S_{3311} = S_{3322} = \frac{\nu_m}{1 - \nu_m} \left( 1 - \pi\lambda \frac{(4\nu_m + 1)}{8\nu_m} \right);$$

$$S_{1212} = \pi\lambda \frac{(7 - 8\nu_m)}{32(1 - \nu_m)};$$

$$S_{3131} = S_{3232} = \frac{1}{2} \left( 1 - \pi\lambda \frac{(2\nu_m - 1)}{8(1 - \nu_m)} \right).$$

#### 2.3. Inclusion ellipsoïdale

Dans cette section, Les composantes du tenseur d'Eshelby pour une inclusion ellipsoïdale de révolution autour de l'axe  $x_3$  confondu avec le grand axe de l'ellipsoïde. Le rapport d'aspect  $\lambda$ , définit de la forme :

$$\lambda = \frac{a_3}{a_2}$$

Les six composantes du tenseur d'Eshelby à partir desquelles les autres composantes non nulles peuvent être s'expriment de la façon suivante :

$$S_{1111} = S_{2222} = \frac{3\lambda^2}{8(1-\nu_m)(\lambda^2-1)} + \frac{1}{4(1-\nu_m)} \left( 1 - 2\nu_m - \frac{9}{4(\lambda^2-1)} \right) g(\lambda) ;$$

$$S_{3333} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left( 1 - 2\nu_m + \frac{3\lambda^2-1}{\lambda^2-1} - \left[ 1 - 2\nu_m + \frac{3\lambda^2}{\lambda^2-1} \right] g(\lambda) \right) ;$$

$$S_{1122} = S_{2211} = \frac{1}{4(1-\nu_m)} \left( \frac{\lambda^2}{2(\lambda^2-1)} - \left[ 1 - 2\nu_m + \frac{3}{4(\lambda^2-1)} \right] g(\lambda) \right) ;$$

$$S_{1133} = S_{2233} = \frac{\lambda^2}{2(1-\nu_m)(\lambda^2-1)} + \frac{1}{4(1-\nu_m)} \left( \frac{3\lambda^2}{\lambda^2-1} - (1 - 2\nu_m) \right) g(\lambda) ;$$

$$S_{3311} = S_{3322} = -\frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ 1 - 2\nu_m + \frac{1}{\lambda^2-1} \right] + \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ 1 - 2\nu_m + \frac{3}{2(\lambda^2-1)} \right] g(\lambda) ;$$

$$S_{3131} = S_{3232} = \frac{1}{4(1-\nu_m)} \left( 1 - 2\nu_m + \frac{3\lambda^2-1}{\lambda^2-1} - \frac{1}{2} \left[ 1 - 2\nu_m - \frac{3(\lambda^2+1)}{\lambda^2-1} \right] g(\lambda) \right) ;$$

$$S_{1212} = \frac{1}{4(1-\nu_m)} \left( \frac{\lambda^2}{2(\lambda^2-1)} + \left[ 1 - 2\nu_m - \frac{3\lambda^2}{2(\lambda^2-1)} \right] g(\lambda) \right) .$$

Avec:

$\nu_m$  : coefficient de Poisson de la matrice

Et

$$g(\lambda) = \frac{\lambda}{(\lambda^2-1)^{3/2}} \left[ \lambda(\lambda^2-1)^{1/2} - \cosh^{-1}(\lambda) \right] \text{ Pour } \lambda > 1 ;$$

$$g(\lambda) = \frac{\lambda}{(1-\lambda^2)^{3/2}} \left[ \cosh^{-1}(\lambda) - \lambda(1-\lambda^2)^{1/2} \right] \text{ Pour } \lambda < 1 .$$

## 2.4. Inclusion cylindrique

Les composantes de tenseur d'Eshelby pour une inclusion cylindrique avec le rapport d'aspect  $\lambda \rightarrow \infty$ , sont définies de la forme :

$$S_{1111} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{a_2^2 + 2a_1a_2}{(a_1+a_2)^2} + (1 - 2\nu_m) \frac{a_2}{a_1+a_2} \right] ;$$

$$S_{2222} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{a_1^2 + 2a_1a_2}{(a_1+a_2)^2} + (1 - 2\nu_m) \frac{a_1}{a_1+a_2} \right] ;$$

$$S_{1122} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{a_2^2}{(a_1+a_2)^2} - (1 - 2\nu_m) \frac{a_2}{a_1+a_2} \right] ;$$

$$S_{1133} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{2\nu_m a_2}{a_1+a_2} \right];$$

$$S_{2233} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{2\nu_m a_1}{a_1+a_2} \right];$$

$$S_{2211} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{a_1^2}{(a_1+a_2)^2} - (1-2\nu_m) \frac{a_1}{a_1+a_2} \right];$$

$$S_{1212} = \frac{1}{2(1-\nu_m)} \left[ \frac{a_1^2+a_2^2}{2(a_1+a_2)^2} + \frac{1-2\nu_m}{2} \right];$$

$$S_{2323} = \frac{a_1}{2(a_1+a_2)};$$

$$S_{3131} = \frac{a_2}{2(a_1+a_2)}.$$